

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE
L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'État en Génie des Matériaux

Étude des effets de l'écrouissage par laminage sur le
vieillissement de l'alliage d'aluminium 7075.

AMRANE Meriem & KHERBA Nesrine

Encadrée par : **Dr. ABADLI Kamel & Dr. KABA Liamine**

Présenté et soutenu publiquement le (04/07/2024)

Composition du jury :

Président : Dr. DAIMELLAH Abderrahmane ENP

Examineur : Dr. KASSER Abdelmadjid ENP

Examinatrice : Dr. MERMOUL Soumia ENP

ENP 2024

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE
L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



Département de Métallurgie

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'État en Génie des Matériaux

Étude des effets de l'écrouissage par laminage sur le
vieillessement de l'alliage d'aluminium 7075.

AMRANE Meriem & KHERBA Nesrine

Encadrée par : **Dr. ABADLI Kamel & Dr. KABA Liamine**

Présenté et soutenu publiquement le (04/07/2024)

Composition du jury :

Président : Dr. DAIMELLAH Abderrahmane ENP

Examineur : Dr. KASSER Abdelmadjid ENP

Examinatrice : Dr. MERMOUL Soumia ENP

ENP 2024

ملخص

تركز الدراسة على تأثير التقوية بالدرفلة على عملية شيخوخة سبائك الألومنيوم 7075، المعروفة بقوتها وخفتها، مما يجعلها مثالية للقطاعات التي تتطلب أداءً عاليًا مثل الفضاء الجوي وصناعة السيارات. تُعد التقوية بالدرفلة تقنية تهدف إلى تحسين الخصائص الميكانيكية من خلال تعديل البنية الدقيقة، وهي جوهر هذا البحث. الهدف هو تحليل التغيرات في البنية الدقيقة الناجمة عن هذه الطريقة وتطورها خلال عملية الشيخوخة. تشمل الجوانب الرئيسية التي تمت دراستها توزيع المترسبات، حجم الحبيبات، وتوزيع الأطوار، وكلها ضرورية لتحديد الخصائص الميكانيكية مثل قوة الشد، الصلابة، ومقاومة التعب.

باختصار، تهدف هذه الدراسة إلى تعميق المعرفة بالمواد المعدنية المتقدمة وتقديم توصيات عملية لتحسين أدائها في التطبيقات الحرجة التي تتطلب مقاومة وديمومة استثنائية.

الكلمات المفتاحية: سبيكة الألومنيوم 7075 – شيخوخة- تصلب تشوه- درفلة- تصلب بنيوي- ترسيب- معالجات حرارية- البنية المجهرية- صلابة

Abstract:

The study focuses on the effect of cold rolling on the aging process of the aluminum alloy 7075, known for its strength and lightness, ideal for sectors requiring high performance such as aerospace and automotive. Cold rolling, a technique aimed at improving mechanical properties by modifying the microstructure, is at the heart of this research. The objective is to analyze the microstructural changes caused by this method and their evolution during aging. The main aspects studied include the distribution of precipitates, grain size, and phase distribution, all essential for determining mechanical characteristics such as tensile strength, hardness, and fatigue resistance. In summary, this study aims to deepen the knowledge of advanced metallic materials and to formulate practical recommendations to optimize their performance in critical applications requiring exceptional strength and durability.

Keywords: Aluminum alloy 7075- aging- work hardening- rolling- structural hardening- precipitation- heat treatments- microstructure- hardness

Résumé

L'étude se focalise sur l'effet de l'écrouissage par laminage sur le processus de vieillissement de l'alliage d'aluminium 7075, connu pour sa solidité et sa légèreté, idéal pour des secteurs exigeant des performances élevées comme l'aérospatiale et l'automobile. L'écrouissage par laminage, une technique visant à améliorer les propriétés mécaniques en modifiant la microstructure, est au cœur de cette recherche. L'objectif est d'analyser les changements microstructuraux provoqués par cette méthode et leur évolution pendant le vieillissement. Les principaux aspects étudiés comprennent la répartition des précipités, la taille des grains et la distribution des phases, tous essentiels pour déterminer des caractéristiques mécaniques telles que la résistance à la traction, la dureté et la résistance à la fatigue. En somme, cette étude vise à approfondir la connaissance des matériaux métalliques avancés et à formuler des recommandations pratiques pour optimiser leur performance dans des applications critiques nécessitant une résistance et une durabilité exceptionnelles.

Mots clés: Alliage aluminium 7075 – vieillissement- écrouissage- Laminage- durcissement structurale- précipitation- traitement thermique- microstructure – dureté.

Remerciement

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude envers toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.

Nous voudrions dans un premier temps remercier le directeur de mémoire M. ABADLI Kamel, notre professeur pendant tout le second cycle, pour sa patience, sa disponibilité et surtout ses judicieux conseils, qui ont contribué à alimenter notre réflexion.

Nous remercions également toute l'équipe pédagogique de l'école national polytechnique d'Alger et les intervenants professionnels responsables de notre formation, pour avoir assuré la partie théorique de celle-ci.

Nos remerciements vont tout particulièrement à M. KABA Liamine, notre guide au centre de recherche en technologie industrielle de CHERAGA pour son soutien constant, ses conseils éclairés, son engagement, son expertise et ses discussions inspirantes qui ont enrichi ce travail de recherche.

Nous tenons à témoigner toute notre reconnaissance aux personnes suivantes, pour leur aide dans la réalisation de ce mémoire :

Monsieur BESAID Djamel, l'ingénieur d'AIR ALGERIE de la base de maintenance de DAR EL BIEDA qui nous a généreusement fourni les tôles d'aluminium de l'alliage 7075 pour mener à bien notre étude. Sa contribution essentielle a été cruciale pour la réalisation de ce projet.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à l'École Militaire pour l'accueil chaleureux que nous avons reçu lors de la réalisation de notre stage.

Un merci spécial au Pr. HEMMOUCHE Larbi et au Dr. Halimi Amel de l'Ecole Militaire Polytechnique pour leur précieux soutien et leur aide précieuse dans la réalisation de la partie pratique de notre projet tout au long de la période de stage.

Nous tenons également à exprimer notre reconnaissance envers M. Bahri Mebarek Professeur de génie électrique à l'Université de Biskra Mohamed Khider qui nous a offert l'opportunité de réaliser notre étude par MEB au Laboratoire de physique des couches minces et application de l'université, ainsi qu'à toutes l'équipe de Laboratoire pour leur aide précieuse, Leur expertise et leur soutien ont grandement contribué à la réussite de notre projet.

Enfin, nous adressons nos sincères et chaleureux remerciements à notre famille pour leur soutien inconditionnel et leur encouragement constant.

AMRANE Meriem

KHERBA Nesrine

Dédicaces

Avec un grand plaisir, nous dédions ce modeste travail à ce qui, quels que soient les termes embrassés nous n'arriverons jamais à leur exprimer notre amour sincère.

Nesrine,

Je souhaite exprimer ma profonde gratitude,

À Dieu,

À mon cher père défunt,

À la femme qui a enduré sans me laisser souffrir, qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse : ma chère mère,

À mon frère Yaniss et à ma sœur Rania, qui m'ont soutenue tout au long de mes études,

Sans oublier ma binôme Meriem, pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet,

À toutes les personnes et amis que nous avons rencontrés, pour leur amour et leurs encouragements.

Meriem,

Je souhaite exprimer mon sincère gratitude,

À Dieu,

À ma chère maman, que son amour infini et inconditionnel continue d'éclairer chaque instant de ma vie, comme un phare guidant mes pas dans les moments les plus sombres et illuminant les jours les plus heureux.

À l'homme de ma vie, mon père, que ses encouragements constants et son soutien indéfectible demeurent à jamais une source de motivation et de force, m'inspirant à poursuivre mes rêves avec détermination et à surmonter tous les obstacles avec courage.

À mes frères et sœurs, Fella, Bilal, Brahim et spécialement Khadidja, pour leur soutien inconditionnel et leur amour, et à ma petite nièce Farah que j'adore, que son innocence et sa joie de vivre apportent lumière et chaleur à notre famille.

À ma binôme Nesrine, que sa complicité indéfectible et son soutien constant soient toujours présents, même dans les moments les plus difficiles, et que notre amitié se renforce chaque jour.

À mon amie Safinez, complice de mes rires et soutien de mes peines que notre amitié sincère soit un jardin où chaque fleur de bonheur éclot, et que chaque moment partagé soit une étoile brillante dans le ciel de nos souvenirs.

À toute ma famille, que l'amour et la solidarité continuent de nous unir et de nous renforcer, et spécialement à ma tante Aicha, à qui je souhaite un prompt rétablissement et dont je souhaite de tout cœur le retour parmi nous, en pleine santé et pleine de joie.

TABLE DES MATIERES

Liste des tableaux

Table des figures

Liste des acronymes

Introduction générale.....	15
CHAPITRE 1 :	17
ALLIAGES D'ALUMINIUM SERIE 7000	17
Introduction	17
1. L'Aluminium.....	17
1.1. Propriétés physiques et chimiques de l'aluminium pur	18
1.2. Aptitude technologique de l'aluminium	18
1.3. Alliages d'aluminium de corroyage.....	20
1.4. Influence des éléments d'addition.....	21
1.5. Désignation des alliages de corroyage.....	23
1.5.1. Désignation des alliages durcis par écrouissage	25
2. Alliages d'aluminium de la série 7000.....	27
2.1. Diagramme d'équilibre Al – Zn - Mg.....	28
2.2. Composition chimique des alliages 7000	29
2.3. Caractéristiques physiques des alliages 7000	30
2.4. Caractéristiques mécaniques des alliages 7000	31
3. L'alliage 7075	32
3.1. Composition chimique	32
3.2. Traitements thermiques de l'alliage 7075.....	32
3.3. Micrographie de l'alliage 7075	33
3.4. Propriétés mécaniques de l'alliage 7075.....	34
4. Le soudage de l'aluminium et ses alliages	35
4.1 Les procédés de soudage adaptés à l'alliage 7075.....	35
4.2. La soudabilité de l'alliage 7075	35
5. La corrosion d'alliages 7075	36
5.1. Facteurs de corrosion de l'alliage 7075	36
5.2. Les formes de corrosion de l'alliage 7075	37

6.	Avantages et limites de l'alliage 7075	40
6.1.	Avantages de l'alliage 7075	40
6.2.	Limitations de l'alliage 7075	41
7.	Application d'alliage de l'aluminium 7075	41
	Conclusion.....	42
CHAPITRE 2.....	44	
DURCISSEMENT STRUCTURAL DES ALLIAGES D'ALUMINIUM SERIE 7000... 44		
	Introduction	44
1.	Durcissement structural des alliages aluminium.....	44
2.	Le vieillissement des alliages aluminium.....	45
2.1.	Le vieillissement naturel	45
2.2.	Le vieillissement artificiel.....	46
3.	Traitements de durcissement structural des alliages d'Aluminium	46
3.1.	Mise en solution	46
3.2.	Trempe	47
3.3.	Le détensionnement	47
3.4.	La maturation	47
3.5.	Le revenu	48
4.	Microstructure et durcissement structural des alliages 7000.....	49
4.1.	Nature des phases des alliages Al-Zn-Mg-Cu.....	49
5.	Principe de durcissement structural.....	59
5.1.	Définition du pic de durcissement	61
5.2.	Processus de décomposition	62
6.	Cinétiques de précipitation.....	65
6.1.	La diffusion en volume	66
6.2.	Diffusion le long des défauts (linéaires ou planaires).....	66
6.3.	Force motrice de précipitation	67
6.4.	Croissance	68
7.	Le durcissement des alliages aluminium pendant le vieillissement.....	71
8.	Les techniques d'étude du durcissement structural :.....	72
9.	Effet de l'érouissage sur le mécanisme de précipitation	73
9.1.	Définition de l'érouissage	73
9.2.	Effet de l'érouissage sur la microstructure.....	74

9.3. Effet de l'écrouissage sur le mécanisme de précipitation	74
Conclusion.....	76
CHAPITRE 3.....	77
MATERIAU ETUDIE ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	77
1. Introduction	77
2. Alliage étudié :	77
3. Caractéristiques du matériau	78
4. Préparation des échantillons.....	78
4.1. Découpage de la tôle	78
5. Traitement thermique	79
5.1.1. Le recuit.....	79
5.1.2. La mise en solution	80
5.1.3. La trempe.....	81
5.1.4. Le revenu.....	82
5.1.5. Le laminage à froid	83
6. Caractérisation des échantillons :.....	85
6.1. Préparation métallographique des échantillons :	85
6.2. Observation et caractérisation de la microstructure.....	87
6.3. Diffraction des rayons X (DRX) :.....	90
6.4. La Dureté	90
6.5. La microdureté Vickers (Hv).....	92
7. Analyse et traitement des données :	93
7.1. Image J.....	93
7.2. Origin pro, le logiciel d'analyse et de visualisation de données expérimentales... 94	
CHAPITRE 4.....	95
EFFET DU VIEILLISSEMENT SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES MECANQUES DE L'ALLIAGE 7075	95
Introduction	95
1. L'état de solution solide	95
1.1. Observations par microscopie optique :.....	95
1.2. Caractérisation par microscopie électronique à balayage	96
2. Vieillissement à 120°C.....	98
2.1. Effet sur la microstructure.....	98
2.2. Caractérisation par microscopie électronique à balayage :	101

2.3. Effet sur la microdureté.....	102
2.4. La fraction transformée des zones GP	102
3. Vieillissement à 150°C.....	104
3.1. Effet sur la microstructure.....	104
3.2. Effet sur la microdureté.....	106
3.3. La fraction transformée.....	107
4. Comparaison entre les deux températures :.....	108
5. Interprétation des résultats :	110
5.1. Evolution microstructurale pendant le vieillissement :.....	110
5.2. Le durcissement par précipitation.....	111
5.3. La croissance des zones GP	112
CHAPITRE 5 :	113
EFFET DE L'ECROUISSAGE PAR LAMINAGE SUR LE VIEILLISSEMENT DE L'ALLIAGE 7075	113
1. Effet de l'écrouissage par laminage :	113
1.1. Effet sur la microstructure.....	113
1.2. Effet sur la dureté.....	116
2. Effet du laminage sur le vieillissement	117
2.1. Vieillissement à 120°C	117
2.2. Vieillissement à 150°C	122
3. Comparaison.....	124
4. Interprétation des résultats	126
4.1. Effet du laminage sur la microstructure :.....	126
4.2. Effet du laminage sur la dureté	126
4.3. Effet du laminage sur le vieillissement.....	127
CONCLUSION GENERALE	129
Bibliographie.....	132

Liste des tableaux

Tableau 1.1: Les propriétés de l'Aluminium pur (Michel et Coll, 2008).	18
Tableau 1.2: Famille d'alliages d'aluminium corroyés [4].....	20
Tableau 1.3: Alliages d'aluminium de corroyage.....	21
Tableau 1.4: Influence des éléments d'alliage sur les propriétés de l'aluminium [5].	22
Tableau 1.5: Groupes d'alliages d'aluminium de corroyage [4].	23
Tableau 1.6: Etats métallurgiques pour alliages d'aluminium [4].	24
Tableau 1.7: Les subdivisions des états trempés [4].	25
Tableau 1.8: Etats métallurgiques des alliages durcis par traitements thermiques [4].	26
Tableau 1.9: Caractéristiques mécaniques des alliages Al-Zn-Mg [8].	31
Tableau 1.10: Composition chimique de l'alliage d'aluminium 7075.....	32
Tableau 1.11: Caractéristiques mécaniques de l'alliage d'aluminium 7075 [7].....	34
Tableau 2.1 : La séquence de précipitation dans les alliages Aluminium à durcissement structural.....	45
Tableau 2.2 : Caractéristiques des précipités participant au processus de durcissement structural [26].	55
Tableau 2.3 : Nature cristallographique des particules intermétalliques [25].....	59
Tableau 3.1: Composition chimique de l'alliage.	78
Tableau 3.2: Caractéristiques mécaniques de l'alliage.	78
Tableau 3.3: épaisseurs et taux de déformation après laminage	84

Table des figures

Figure 1.1 : Diagramme d'équilibre binaire Al-MgZn ₂ [8]	28
Figure 1.2: Diagramme Al-Zn-Mg. Projection du liquidus [8]	29
Figure 1.3: Composition chimique des alliages Al-Zn-Mg [5].	29
Figure 1.4: Propriétés physiques des alliages Al-Zn-Mg [8].	31
Figure 1.5 : Microstructure de l'alliage 7075 Recuit	33
Figure 1.6: Microstructure de l'alliage 7075-T6 laminé	34
Figure 1.7: Microstructure à l'état revenu T6 de l'alliage d'aluminium 7075	34
Figure 1.8: Corrosion par piqûres de l'alliage 7075 T7351 après 2h [4].	37
Figure 1.9: Corrosion intergranulaire de l'alliage 2024 T351, après 24 h d'immersion dans une solution 0,1 M de Na ₂ SO ₄ + 0,1 M de NaCl.	38
Figure 1.10: Photomicrographie MEB d'un alliage 2024 T351 développant de la corrosion feuilletante [14].	38
Figure 1.11: Micrographie optique de l'interface d'un couple galvanique Al pur / Cu pur après 24 h d'immersion en milieu Na ₂ SO ₄ 10 ⁻³ M [14].	39
Figure 1.12: Micrographe (L-T) du 7075T6. a) après 33h d'exposition sous 40°C. b) après 69h d'exposition sous 40° [4].	40
Figure 2.1 : Evolution classique de quelques propriétés d'un alliage à durcissement structural au cours des différents traitements thermiques [26].	48
Figure 2.2 : Différentes séquences de précipitation possibles dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu [28]	50
Figure 2.3 : (a) Image MET-HR (Al [110]) des zones-GP(I) et (II) dans un alliage 7050 [39]. (b) et (d) sont des clichés de diffraction d'un alliage Al-Zn-Mg après 1,5h à 100°C en projection [001] et [111]. (c) et (e) sont les représentations schématisées des clichés de diffraction (b) et (d) respectivement [40].	52
Figure 2.4: (a) Image MET-HR d'une microstructure d'alliage 7050 contenant des plaquettes de η' et (b) un cliché de diffraction en axe [001]Al faisant apparaître des spots appartenant à la phase η' et aux dispersoïdes Al ₃ Zr [28].	54
Figure 2.5: Images en METHR selon l'axe de zone [100] d'un alliage Al 6.23Zn 2.8Mg 1.58Cu (7h115°C, 12h160°C) ; à gauche η' semi cohérent ; à droite η non cohérent (Li, 2007)[28]. ..	55
Figure 2.6 : Caractérisation STEM des précipités S dans des conditions de sur-vieillessement de 70 heures. (a) Morphologie générale des précipités ; (b) illustration de l'interface entre la phase S et la matrice [45].	56
Figure 2.7: Alliage trempé à l'eau depuis 465°C et vieilli pendant 20 heures à 300°C montrant la morphologie irrégulière typique de la phase T. x 64,000 [30].	57
Figure 2.8 : Diagramme de diffraction de la figure (2.8) montrant un motif de réseau croisé a (633) de la phase T dans une zone de matrice proche de (110) [30].	57

Figure 2.9 : Microstructure d'un alliage 7081 T73511 observée par microscopie électronique à balayage (MEB) : Précipitation des intermétalliques Al ₇ Cu ₂ Fe à la surface de l'alliage [46].	58
Figure 2.10 : i) Cisaillement d'un précipité par une dislocation, ii) Contournement par glissement dévié d'un précipité [26].	60
Figure 2.11 : Évolution du durcissement structural en fonction de la taille et du type de précipité pour les alliages 7000.	61
Figure 2.12 : Contrainte seuil de franchissement des dislocations en fonction du rayon des obstacles [26].	62
Figure 2.13 : (a) Schémas de la précipitation aux joints de grains et de la formation des PFZs pendant un recuit sur un alliage 7000 [47].	63
Figure 2.14 : Images en MET de joints de grains fortement désorientés ; a) dans le cas du 7075 T73 [Park, 1986] ; b) dans le cas du 7449 T651 [25].	64
Figure 2.15 : les étapes du processus de précipitation	65
Figure 2.16 : Représentation schématique de la variation de l'énergie libre associée à la formation d'un germe en fonction du rayon ou de son nombre d'atomes inspiré de Cahn et Haasen [53].	68
Figure 2.17 : Profil de concentration schématique à travers un précipité dans le cas d'une croissance classique.	69
Figure 2.18 : Schéma du régime de coalescence induit par les gradients de concentration en fonction du rayon des précipités.	70
Figure 2.19 : courbes de vieillissement d'un alliage de la série 7000 à différentes températures [54].	72
Figure 2.20 : Courbes DSC des échantillons 6016 naturellement vieilli pendant une semaine obtenues à une vitesse de chauffage de 10°C/mn : a) sans prédéformation; b) 0,5% prédéformation; c) 1,5% pré-déformation et d) 5% pré-déformation[55].	75
Figure 3.1 : Tôles d'Aluminium 7075 de dimensions 200 x 200 x4 mm	77
Figure 3.2 : Cisaille guillotine hydraulique (DRMA Air Algérie, atelier structure)	79
Figure 3.3 : Des tôles de dimension 200x10x4 mm	79
Figure 3.4 : Diagramme d'équilibre de l'alliage d'aluminium 7075.	80
Figure 3.5 : Four à résistance électrique Nabertherm (ENP, laboratoire de métallurgie).	81
Figure 3.6 : Schématique de traitement de mise en solution.	81
Figure 3.7 : Trempe à l'eau	82
Figure 3.8 : Diagramme TTT de l'alliage Aluminium 7075 (JmatPro).	83
Figure 3.9 : Laminoir (ENP, Laboratoire)	84
Figure 3.10 : Tôles laminées à froid	84
Figure 3.11 : polisseuse métallographique (Minitech-263)	86
Figure 3.12 : Nettoyeuse ultrasonique de type BANDELIN SONOREX.	86
Figure 3.13 : Microscope optique (OM) (NIKON ECLIPSE LV100ND) de CRTI.	88
Figure 3.14 : Microscope électronique à balayage de CRTI, marque : Zeiss, model : GEMINI SEM 300	89
Figure 3.15 : Schéma de L'EDS.	89
Figure 3.16 : Duromètre NEMESIS 9000 DE CRTI.	91

Figure 3.17 : Microduromètre	93
Figure 3.18 :Logiciel de traitement d'image "image J"	94
Figure 3.19 :Logiciel d'analyse des données et mise en forme des graphiques	94
Figure 4.1 : Microstructures optiques en coupe longitudinale de l'échantillon E0 d'Al 7075 à l'état de solution	96
Figure 4.2 :l'analyse EDS des taches noires	97
Figure 4.3 :Les microstructures MO de la section RD-TD des alliages Al7075 non déformés et vieillis à T=120°C après (a,b) 2h, (c,d) 4h (e,f) 8h (g,h) 10h (i,j) 16h de maintien	99
Figure 4.4 :taille des grains en fonction de la durée de traitement à 120°C.....	100
Figure 4.5 : Analyse EDS des particules.....	101
Figure 4.6 :évolution de la microdureté en fonction de la durée de traitement à 120°C.....	102
Figure 4.7 :fraction transformée en fonction de la durée de traitement à T=120°C.....	103
Figure 4.8 :Détermination des paramètres n et k (120°C).....	103
Figure 4.9 :Les microstructures MO de la section RD-TD des alliages Al7075 non déformés et vieillis à T=150°C après (a,b) 30min, (c,d) 1h (e,f) 2h (g,h) 8h (i,j) 10h de maintien.....	105
Figure 4.10 :taille des grains en fonction de la durée de traitement à 150°C.....	106
Figure 4.11 :évolution de la microdureté en fonction de la durée de traitement T=150°C....	107
Figure 4.12 :fraction transformée en fonction de la durée de traitement à T=150°C.....	107
Figure 4.13 :Détermination de n et k (T=150°C)	108
Figure 4.14 :évolution de la taille des grains pendant le vieillissement à 120 et 150°C.....	109
Figure 4.15 : évolution de la microdureté à 120 et 150°C	109
Figure 5.1 :Les microstructures MO de la section RD-TD de Al7075 après (a,b) 0 %, (c,d) 12,65 %, (e,f) 21,25 %, (g,h) 32,39 % (i,j) 43,69 % et (k,l) 55,47% de réduction d'épaisseur	115
Figure 5.2 :taille des grains dans le sens perpendiculaire du sens de laminage en fonction du taux de déformation.....	115
Figure 5.3 : taille des grains dans le sens de laminage en fonction du taux de déformation .	116
Figure 5.4 : évolution de la dureté en fonction du taux de laminage	117
Figure 5.5 :Les microstructures MO de la section RD-TD de Al7075 après 16h de traitement à 120°C des échantillons avec (a) 12,65 %, (b) 32,39 % et (c) 55,47% de réduction d'épaisseur	118
Figure 5.6 : l'analyse par diffraction des rayons X après 10h de traitement à 120°C	120
Figure 5.7 :courbes de dureté en fonction du temps de vieillissement à T=120°C.....	121
Figure 5.8 : Les microstructures MO de la section RD-TD de Al7075 après 16h de traitement à 150°C des échantillons avec (a) 12,65 %, (b) 32,39 % et (c) 55,47% de réduction d'épaisseur	123
Figure 5.9 : courbes de dureté en fonction du temps de vieillissement à T=150°C.....	124
Figure 5.10 :Courbes de dureté maximale en fonction du taux de laminage	125
Figure 5.11 :Courbes du temps pour atteindre une dureté maximale en fonction du taux de laminage	125

Liste des acronymes

- **Al** : Aluminium
- **AFNOR** : norme française Comité européen de normalisation (CEN).
- **EN 515** : norme Européenne (Aluminium et alliages d'aluminium –Produits corroyés Désignation des états métallurgiques).
- **ASTM**: International, anciennement American Society for Testing and Material
- **TIG**: Tungstène Inert Gas
- **ZAT**: Zone affecté thermiquement
- **FSW**: Friction Stir Welding
- **(S)** : Solution solide
- **(GP)** : Zones de Guinier-Preston
- **η''** : phase métastable
- **η'** : phase semi-cohérente
- **η** : MgZn₂ (phase stable)
- **MES** : mise en solution
- **VN** : vieillissement naturel
- **VA** : vieillissement artificiel
- **TAF** : état sous revenu
- **PSN** : particule stimulated nucleation
- **ZLP** : zone libre de précipités
- **PFZ** : precipitate free zone
- **TTT** : diagramme (Temps-Température-Transformation)
- **MO** : Microscope optique
- **MEB** : Microscope électronique à balayage
- **MET** : Microscope électronique à transmission
- **DSC** : calorimétrie différentielle à balayage
- **EDS** : Spectroscopie à Dispersion d'Énergie
- **DRX** : Diffraction des rayons X
- **RD-TD**: Rolling Direction-Transverse Direction
- **ST** : Etat non laminé vieilli

Introduction générale

“ Les traitements thermiques et les déformations plastiques contrôlées des d'aluminium peuvent considérablement améliorer leurs propriétés mécaniques et leur résistance à la corrosion, ce qui les rend essentiels pour les applications industrielles avancées ”

J.R.Davis," Aluminium and Aluminum Alloys",

International, 1993

L'alliage d'aluminium 7075, composé principalement de zinc, de magnésium et de cuivre, est largement utilisé dans l'industrie pour sa résistance exceptionnelle et sa légèreté. Il est particulièrement apprécié dans des secteurs tels que l'aérospatiale, l'automobile et la construction légère. Pour optimiser ses performances, différents traitements thermomécaniques sont appliqués, notamment l'écrouissage par laminage à froid.

L'écrouissage est un processus essentiel qui renforce la résistance à la traction de l'alliage sans compromettre sa ductilité. Cependant, il peut également influencer le processus de vieillissement ultérieur, crucial pour assurer la stabilité des performances à long terme. Cette étude vise à analyser en détail les effets de l'écrouissage sur le vieillissement de l'alliage d'aluminium 7075, en examinant les changements microstructuraux et les variations des propriétés mécaniques à différentes étapes du processus.

L'objectif principal de cette recherche est de fournir des informations précieuses sur l'impact de l'écrouissage initial sur la vitesse et l'efficacité du vieillissement de l'alliage. Cette étude répond à plusieurs objectifs industriels clés, tels que l'amélioration des performances mécaniques, la réduction des coûts de production, la promotion de l'innovation technologique et la garantie de la durabilité des produits fabriqués à partir de cet alliage. Ces améliorations visent à répondre aux exigences strictes et variées des applications industrielles contemporaines.

Cette étude comprendra, en plus de la partie théorique, des expérimentations rigoureuses telles que des analyses métallographiques avancées. L'objectif est de confirmer les observations théoriques et de contribuer concrètement à l'amélioration des traitements thermomécaniques appliqués à l'alliage d'aluminium 7075.

L'alliage 7075 subit un vieillissement important dû à la précipitation de phases métastables et stables qui le durcissent. Dans certaines conditions de service, ces phases peuvent améliorer le comportement mécanique du matériau.

Ce travail, composé de cinq chapitres, se concentre sur l'analyse des conséquences du laminage à froid sur la microstructure et les caractéristiques mécaniques de l'alliage 7075. Les deux premiers chapitres présentent une synthèse bibliographique qui fait le point sur les

connaissances actuelles concernant les alliages d'aluminium de la série 7000 et le durcissement structural par vieillissement.

Le troisième chapitre se focalise sur la présentation du matériau, les techniques de caractérisation microstructurale et les conditions expérimentales utilisées pour établir une corrélation entre l'effet du laminage à froid et le vieillissement.

Le quatrième chapitre a pour objectif de présenter les effets du vieillissement sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'alliage 7075.

Le dernier chapitre aborde la mise en œuvre de l'effet du laminage combiné au vieillissement.

Le mémoire se conclura par une synthèse des principaux résultats obtenus et des perspectives pour les travaux futurs.

CHAPITRE 1 :

ALLIAGES D'ALUMINIUM SERIE 7000

Introduction

Les alliages d'aluminium continuent à être le centre d'intérêt de plusieurs travaux de recherche en science des matériaux. Leur grande utilisation dans l'industrie automobile et aéronautique dépend largement de leurs caractéristiques mécaniques et thermiques.

Le durcissement structural dans ces alliages permet d'obtenir des propriétés mécaniques requises. Les alliages d'aluminium et notamment les alliages de la série 7000 sont très utilisés dans les constructions aéronautiques particulièrement en raison de leurs faibles densités et de leurs bonnes caractéristiques mécaniques [1].

1. L'Aluminium

L'aluminium est un métal de couleur blanche argentée, il a été découvert en 1825, il est le métal le plus abondant de l'écorce terrestre et le troisième élément le plus abondant après l'oxygène et le silicium ; il représente en moyenne 7,5 % de la masse des matériaux de la surface solide de notre planète (Guy, 2010). L'aluminium est trop réactif pour exister à l'état natif dans le milieu naturel : on le trouve au contraire sous forme combinée dans plus de 270 minéraux différents, son minerai principal étant la bauxite, où il est présent sous forme d'oxyde hydraté dont on extrait l'alumine.

L'alumine est extraite de la bauxite qui est broyée puis attaquée à chaud par de la soude. On obtient une liqueur qui après séparation des oxydes de fer et de silicium, est envoyée dans des décomposeurs pour précipitation de l'alumine. L'aluminium est obtenu à partir de l'alumine par électrolyse dans une cuve comportant un garnissage en carbone (cathode).

De symbole Al et de numéro atomique 13, il est du IIIème groupe de la classification de Mendeleïev et son état d'oxydation le plus stable est +3. Sa structure cristalline est cubique à faces centrées à toute température inférieure à sa température de fusion (660 °C). L'aluminium se distingue par sa légèreté, sa grande malléabilité et sa faible dureté.

L'aluminium métallique est très oxydable, mais est immédiatement passivé par une fine couche d'alumine Al_2O_3 imperméable de quelques micromètres d'épaisseur qui protège la masse métallique de la corrosion. Cette résistance à la corrosion et sa remarquable légèreté en ont fait un matériau très utilisé industriellement.

L'aluminium est un produit industriel important, sous forme pure ou alliée, notamment dans l'aéronautique, les transports et la construction [2].

1.1. Propriétés physiques et chimiques de l'aluminium pur

Les principales propriétés physiques et chimiques de l'aluminium sont présentées dans le tableau (1.1) [1].

Tableau 1.1: Les propriétés de l'Aluminium pur (Michel et Coll, 2008).

Symbole	Al
Numéro atomique	13
Masse molaire atomique	27g. mol ⁻¹
Système cristallin	CFC
Point de fusion	660°C
Point d'ébullition	2056°C
Densité	2,7
Résistance électrique	2,7. 10 ⁻⁸ Ohm .m
Résistivité électrique à 20°C	2,63 μΩ.cm
Conductivité thermique	22 W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Capacité thermique massique	9,102 J.Kg ⁻¹ .K ⁻¹
Coefficient de dilatation	24.10 ⁻⁶ .K ⁻¹
Retrait volumique	5,6%
Module d'élasticité	69000 MPa
Charge de rupture	80 à 100 MPa

1.2. Aptitude technologique de l'aluminium

A partir des caractéristiques physico-chimiques, les aptitudes techniques de l'aluminium sont présentées de la manière suivante :

1.2.1. Légèreté

L'aluminium est un métal très léger dont la densité spécifique est de 2,7 g/cm³, soit environ un tiers de celle de l'acier (7-8 g/cm³) ou du cuivre (8,96 g/cm³). Cette propriété constitue un avantage pour les alliages d'aluminium dans beaucoup d'applications industrielles. A titre d'exemple, on considère qu'un kilogramme d'aluminium peut remplacer deux kilogrammes d'acier dans des applications automobiles [3].

1.2.2. Résistance mécanique

L'aluminium possède une grande malléabilité et de faibles caractéristiques de résistance, il est utilisé très majoritairement sous forme d'alliages dont le constituant principal est l'aluminium, les éléments d'addition pouvant représenter jusqu'à 15% de son poids. Grâce à sa grande ductilité, l'aluminium peut être facilement travaillé à basse température et déformé sans se rompre, ce qui permet de lui donner des formes très variées [3].

1.2.3. Résistance à la corrosion

L'aluminium génère naturellement une couche d'oxyde qui le protège de l'oxydation et de la corrosion dans certains milieux. L'aluminium est sensible à certains types de corrosion : corrosion par piqure, corrosion intergranulaire, corrosion sous contraintes, ... [3]

1.2.4. Conductivité électrique

L'aluminium est un très bon conducteur de la chaleur et de l'électricité. La conductivité thermique de l'aluminium est utilisée dans de nombreuses applications d'évacuation de la chaleur, c'est-à-dire de refroidissement (comme les systèmes d'air conditionné dans les véhicules). A poids égal, l'aluminium offre une conductivité électrique deux fois supérieure à celle du cuivre, ce qui explique son emploi privilégié dans les applications de transport d'électricité à haute tension sur grande distance [3].

1.2.5. Imperméabilité et effet barrière

Même à très faible épaisseur, une feuille d'aluminium est totalement imperméable et ne laisse passer ni lumière, ni micro-organismes, ni odeurs. De plus le métal lui-même ne libère ni odeur ni goût, ce qui en fait un élément de choix pour l'emballage alimentaire ou pharmaceutique [3].

1.2.6. Propriétés réfléchissantes

L'aluminium possède un pouvoir réfléchissant élevé de la lumière ainsi que de la chaleur ce qui, ajouté à son faible poids, en fait un matériau idéal pour les réflecteurs dans les matériels d'éclairage ou les couvertures de survie [3].

1.2.7. Recyclabilité

L'aluminium est recyclable à 100% sans dégradation de ses propriétés. Son recyclage ne nécessite que peu d'énergie : 5% seulement de l'énergie utilisée pour la production de métal primaire [3].

1.3. Alliages d'aluminium de corroyage

Les alliages de corroyage sont mis en forme par un procédé mécanique à chaud, à température modérée ou à température ambiante. Les procédés de transformation sont le forgeage, le laminage, le filage, le matriçage. Le corroyage, permet d'obtenir des produits à la forme désirée (bloc, tôle, barre, fil, profilé). Le corroyage améliore les propriétés mécaniques par :

- Affinement des grains ;
- Augmentation de la densité des dislocations ;
- Interaction des dislocations avec les précipites ;
- Orientation des grains selon des directions privilégiées (anisotropie).

Les alliages d'aluminium corroyés sont désignés par un nombre de quatre chiffres et sont classés en fonction des éléments d'alliages principaux (tableau 1.2) [4].

Tableau 1.2: Famille d'alliages d'aluminium corroyés [4].

Séries	Élément en alliage	Application
1xxx	Aluminium presque pur	Décoration, équipement chimique, réflecteur de chaleur
2xxx	Le cuivre	Panneau de camion, pièces d'avion
3xxx	Manganèse	Ustensiles de cuisine, panneau routier, réfrigérateur
4xxx	Silicium	Navire, pont

5xxx	Magnésium	Réservoir de carburant d'avion
6xxx	Magnésium + silicium	Arme basse pression, connecteur avion
7xxx	Zinc	Structure de l'avion
8xxx	Les autres éléments sont des éléments d'alliage majeurs	Feuille d'aluminium, radiateur

Les alliages d'aluminium destinés à être corroyés peuvent être classés en deux familles en fonction du type de transformation ou de traitement qui permettront d'obtenir les caractéristiques mécaniques et de résistance à la corrosion (tableau 1.3) :

- Les alliages trempants qui seront durcis par traitements thermiques (alliages à durcissement structural)
- Les alliages qui sont durcis par écrouissage qui obtiendront leurs caractéristiques mécaniques par écrouissage, donc par déformation à froid [4].

Tableau 1.3: Alliages d'aluminium de corroyage

Groupe	Alliages à durcissement par traitements thermiques	Alliages à durcissement Par écrouissage
Série	2000	3000
	6000	4000
	7000	5000

1.4. Influence des éléments d'addition

L'aluminium non allié possède des propriétés mécaniques de résistance faibles ce qui explique la non utilisation de l'aluminium pur à l'échelle industrielle. L'amélioration des propriétés mécaniques est obtenue par l'addition de certains éléments, tels que Mg, Mn, Cu, Si, Zn. Cette influence est présentée dans le tableau (1.4).

Tableau 1.4: Influence des éléments d'alliage sur les propriétés de l'aluminium [5].

Elément	Influence
Cuivre	<ul style="list-style-type: none"> -Alliages à durcissement structural ; -Améliore les caractéristiques mécaniques ; -Diminue la résistance à la corrosion ; -Diminue la conductivité électrique ; -Facilite l'usinage ; -Rend le soudage très difficile ; -Mise en forme possible sur état recuit ou sur trempe fraîche ; -Bonne aptitude aux traitements de surface.
Manganèse	<ul style="list-style-type: none"> -Alliages à durcissement par écrouissage ; -Améliore les caractéristiques mécaniques ; -Facilite l'emboutissage ; -Bonne tenue à la corrosion.
Magnésium	<ul style="list-style-type: none"> -Alliages à durcissement par écrouissage ; -Améliore les caractéristiques mécaniques ; -Améliore la tenue à la corrosion ; -Alliages soudables ; -Bonne Aptitude aux traitements de surface.
Silicium	<ul style="list-style-type: none"> - Alliages à durcissement structural (de 0,3 à 0,6% deMg) ; -Améliore la coulabilité de l'aluminium ; -Diminue l'usinabilité, le silicium étant un élément dur et abrasif ; -Diminue le coefficient de dilatation linéique ; -Possibilité de soudage de certains alliages de moulage necontenant pas de cuivre ; -Bonne tenue à la corrosion pour les alliages sans cuivre.
Silicium + Magnésium	<ul style="list-style-type: none"> -Alliages à durcissement structural ; -Améliorent les caractéristiques mécaniques ; -Très bonne tenue à la corrosion ; -très bonne aptitude aux traitements de surface.
Zinc	<ul style="list-style-type: none"> -Améliore les caractéristiques mécaniques ; -Les alliages Al-Zn ont les caractéristiques mécaniques les plusélevées de tous les alliages d'aluminium ; -Alliages soudable, s'il n'y a pas d'addition de cuivre ; -Tenue à la corrosion médiocre.
Fer	<ul style="list-style-type: none"> • Soluble dans l'aluminium à l'état liquide mais très peu à l'état solide, il forme des combinaisons intermétalliques Al_3Fe avec l'aluminium et d'autres plus complexes avec les autres éléments (Si-Cu-Ni-Mn...) qui en général diminuent les allongements à la rupture. Pour les alliages à hautes caractéristiques mécaniques, la teneur en fer est limitée à 0,15 % ; [15] • Dans les alliages industriels, la teneur en fer est comprise entre 0,05 et 0,30 % pour les alliages de première fusion et 0,50 à 1,3 % (0,90 % dans les lingots) pour les alliages d'affinage.

Titane	<ul style="list-style-type: none"> • Peu soluble dans l'aluminium à l'état liquide et à l'état solide, forme avec l'aluminium le composé Al_3Ti qui sert de germe à la cristallisation de l'aluminium ; • Associé au bore, permet un affinage efficace et durable de la majorité des alliages d'aluminium ; • Augmente fortement la résistivité de l'aluminium et de ses alliages ; • Les alliages industriels contiennent quelques ppm. Et au maximum 0,30 % de titane [15].
--------	--

1.5. Désignation des alliages de corroyage

Depuis le 1 janvier 1976, les alliages d'aluminium de corroyage sont désignés sous forme numérique par un nombre de 4 chiffres, Les chiffres utilisés pour décrire les alliages corroyés de l'aluminium sont conformes aux codes établis par l'ASSOCIATION DE L'ALUMINIUM. Les quatre premiers chiffres de la séquence désignent les alliages utilisés. Les autres codes (chiffres ou lettres) indiquent la forme du produit et le type de traitement thermique qu'il a reçu. La désignation des quatre premiers chiffres se présente de la manière suivante :

- Premier : groupe d'alliage ;
- Deuxième : modifications dans les limites d'impureté ;
- Troisième et quatrième : identification des différents alliages d'un groupe.

Les groupes d'alliages de corroyage sont présentés dans le tableau 4. Ils sont répartis en huit familles. Chaque famille est identifiée par un chiffre qui correspond aux éléments d'addition des alliages de la famille concernée.

Le chiffre 1 concerne les aluminiums dont le titre est 99,00% les chiffres 2 à 8 : concernent les alliages et identifient la nature de l'élément principal d'addition, ainsi que le groupe auquel appartient l'alliage [4].

Tableau 1.5: Groupes d'alliages d'aluminium de corroyage [4].

Famille	Désignation	Alliage
1	1XXX	Aluminium
2	2XXX	Aluminium + Cuivre
3	3XXX	Aluminium + Manganèse
4	4XXX	Aluminium + Silicium
5	5XXX	Aluminium +Magnésium
6	6XXX	Aluminium +Magnésium + Silicium
7	7XXX	Aluminium + Zinc
8	8XXX	Autres éléments d'alliages

La désignation des alliages de corroyage est définie de la manière suivante :

- Le premier des 4 chiffres représente le groupe auquel l'alliage appartient ;
- Le 2eme chiffre, pour le groupe 1, il identifie des variantes où certaines impuretés ont des teneurs contrôlées, dans les groupes 2 à 8 : il est réservé aux modifications successives de l'alliage ;
- Les deux derniers chiffres : dans le groupe 1, ils indiquent le pourcentage en aluminium au-delà de 99,00%. Dans les groupes 2 à 8 : ils servent seulement à identifier l'alliage.

Par exemple, la composition de l'alliage 2024 a été enregistrée en 1954, l'alliage modifié 2124 en 1970, l'alliage 2224 en 1978 et ainsi de suite, chaque altération restant dans les limites permises par la norme.

La désignation des états métallurgiques est faite suivant la norme AFNOR NF A 02-006 de novembre 1970 et la norme Européenne EN 515 (Aluminium et alliages d'aluminium – Produits corroyés – Désignation des états métallurgiques).

Les pièces en alliages d'aluminium de corroyage sont classées en état métallurgique normalisé (classification par lettre). On distingue 5 états fondamentaux (3) [4].

Tableau 1.6: Etats métallurgiques pour alliages d'aluminium [4].

Symbole	Définition
F	Etat brut de fabrication Ce symbole s'applique aux produits fabriqués par déformation plastique sans que soient particulièrement maîtrisés le taux de durcissement par déformation et les traitements thermiques éventuels, par définition même les caractéristiques mécaniques de ces produits ne sont pas comprises entre des limites proches.
O	Etat recuit C'est l'état généralement le plus ductile qui puisse être obtenu par maintien à une température assez modérée pour ne pas altérer le produit. L'état O appliqué à un produit fabriqué par transformation à chaud peut comporter une recristallisation nulle, partielle ou totale. Le maintien à température n'est suivi d'aucun planage ou dressage.
H	État écroui et, éventuellement, partiellement adouci Ce symbole s'applique aux produits durcis par déformation avec ou sans maintien ultérieur à une température suffisante pour provoquer un adoucissement partiel du métal ou de l'alliage.
W	État trempé non stabilisé C'est un état métallurgique instable. Le symbole W s'applique aux alliages qui ont subi une mise en solution suivie de trempe et qui continuent à évoluer à la température ordinaire

T	<p>Etat durci par traitement thermique Les traitements thermiques considérés sont des combinaisons de tout ou partie de l'ensemble des traitements suivants :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Mise en solution (séparée ou non), - Trempe, - Maturation, - Revenu. <p>Avec application éventuelle de déformations plastiques.</p>
---	---

➤ Ces états H et T comportent les subdivisions suivantes :

Tableau 1.7: Les subdivisions des états trempés [4].

Symbole	Définition
H1	<p>État durci par déformation</p> <p>Ce symbole s'applique aux produits durcis par déformation jusqu'au niveau visé de caractéristiques mécaniques, sans adoucissement ultérieur par maintien à une température appropriée.</p>
H2	<p>État durci par déformation et partiellement adouci</p> <p>Ce symbole s'applique aux produits durcis par déformation jusqu'à un niveau supérieur au niveau visé, puis adoucis partiellement par maintien à une température appropriée.</p>

1.5.1. Désignation des alliages durcis par écrouissage

La lettre H suivie par deux chiffres

Le premier chiffre suivant le "H" indique la combinaison spécifique des opérations de base :

H1 – Durci sous tension.

H2 – Durci sous tension et recuit partiellement.

H3 – Durci sous tension et stabilisé.

Le second chiffre suivant le "H" indique le degré de durcissement sous tension :

H x 1 – Un huitième-dur

H x 2 – Quart-dur

H x 4 – Mi-dur

H x 6 – Trois-quart-dur

H x 8 – Dur

H x 9 – Très dur

Parfois, un troisième chiffre est utilisé lorsque le degré de contrôle de la condition ou les propriétés mécaniques sont différents, mais se rapprochent de ceux dont la désignation de condition “H” comportent 2 chiffres.

H111 – S’applique aux produits ayant un degré de durcissement sous tension moindre que pour une condition contrôlée H11.

H112 – S’applique aux produits dont la condition provient des procédés de façonnage, sans contrôle spécial sur le degré de durcissement sous tension ou de traitement thermique, mais dont les propriétés mécaniques sont limitées.

H311 – S’applique aux produits dont le durcissement sous tension est moindre que pour une condition contrôlée H31.

H321 – S’applique aux produits dont le durcissement sous tension est moindre que pour une condition contrôlée H32.

H323-H343 – S’appliquent aux produits spécialement fabriqués pour offrir une résistance acceptable à la rupture par la corrosion.

La désignation complète d’un alliage durci par écrouissage est 5052-H34 [4].

Les états métallurgiques des alliages durcis par traitements thermiques sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 1.8: Etats métallurgiques des alliages durcis par traitements thermiques [4].

Symbole	Définition
T1	Refroidi après transformation à chaud et mûri Ce symbole s'applique aux produits dont le refroidissement après mise en forme (filage, laminage, etc.) a été assez rapide pour permettre un durcissement ultérieur par maturation à la température ordinaire.
T3	Mise en solution séparée, écroui et mûri Ce symbole s'applique aux produits qui, après mise en solution séparée suivie de refroidissement, ont subi une déformation plastique dont l'effet durcissant est pris en considération dans les normes.
T4	Mise en solution trempe et maturation Ce symbole s'applique aux produits qui, après mise en solution séparée suivie de refroidissement, n'ont pas subi de déformation plastique ou n'ont subi qu'une déformation dont l'effet durcissant n'est pas pris en considération dans les normes

T5	<p>Refroidi après transformation à chaud et revenu</p> <p>Ce symbole s'applique aux produits dont le refroidissement, après mise en forme (filage, laminage, etc.) a été assez rapide pour permettre un durcissement ultérieur par revenu.</p>
T6	<p>Mise en solution, trempe et revenu</p> <p>Ce symbole s'applique aux produits qui, après mise en solution séparée suivie de refroidissement, ont subi un revenu sans avoir subi de déformation plastique entre mise en solution et revenu ou après revenu, ou qui n'ont subi qu'une déformation dont l'effet durcissant n'est pas pris en considération dans les normes.</p>
T7	<p>Mise en solution séparée et sur-revenu</p> <p>Ce symbole s'applique aux produits qui ont subi un sur-revenu destiné à leur procurer des propriétés particulières (une résistance élevée à la corrosion sous tension, par exemple).</p>
T8	<p>Mise en solution séparée, écrouissage et revenu</p> <p>Ce symbole s'applique aux produits écrouis (ou qui ont subi une déformation dont l'effet durcissant est pris en considération dans les normes) entre mise en solution et revenu afin d'augmenter leur résistance mécanique.</p>
T9	<p>Mise en solution séparée, revenu et écrouissage</p> <p>Ce symbole s'applique aux produits écrouis après revenu afin d'augmenter leur résistance mécanique.</p>
T10	<p>Refroidi après transformation à chaud, revenu et écrouissage</p> <p>Ce symbole s'applique aux produits qui, refroidis assez rapidement après transformation à chaud, ont subi un revenu et ont été écrouis afin d'augmenter leur résistance mécanique.</p>
T11	<p>Refroidi après transformation à chaud, écrouissage et maturation</p> <p>Ce symbole s'applique aux produits qui refroidis après transformation à chaud, subissent une déformation à froid avant murissement pour augmenter leur résistance mécanique</p>
T12	<p>Refrène après transformation d chaud, écrouissage et revenu</p> <p>Ce symbole s'applique aux produits qui, après refroidissement suivi d'un écrouissage, subissent un revenu</p>

2. Alliages d'aluminium de la série 7000

L'élément d'alliage de cette série est le zinc. Globalement, ils ont de très bonnes caractéristiques mécaniques ; ce sont les alliages d'aluminium à haute résistance. Malheureusement ces très bonnes caractéristiques mécaniques sont obtenues au détriment de la résistance à la corrosion.

Pour retrouver une bonne résistance à la corrosion, il faut effectuer ce qui est appelé un sur revenu ou revenu à double palier (T7). Ce traitement se paie par une baisse des caractéristiques mécaniques. Ces alliages se divisent en deux groupes : les 7000 avec addition de cuivre et les 7000 sans addition de cuivre [5].

2.1. Diagramme d'équilibre Al – Zn - Mg

Le diagramme d'équilibre Al-Zn montre, du côté de l'aluminium, une solution solide qui peut contenir jusqu'à 50 % de Zn à 445 °C, mais seulement 5 % de Zn à la température ambiante. Cela conduit à des alliages monophasés lorsque la teneur en Zn est inférieure à 5 % et diphasés au-delà de 5 %. Cependant, les alliages obtenus ont des propriétés inférieures à celles des autres alliages d'aluminium, ce qui explique pourquoi la base Al-Zn, seule, n'est pas utilisée.

En revanche, on utilise l'alliage Al-Zn avec du magnésium, qui devient alors un alliage à durcissement structural avec précipitation de la phase $MgZn_2$. Le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Al-MgZn₂ est représenté sur la figure 1.1 [6].

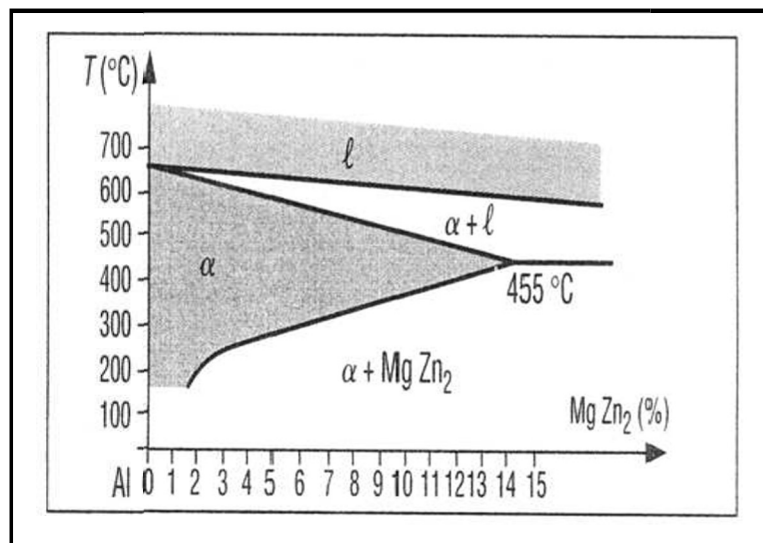


Figure 1.1 : Diagramme d'équilibre binaire Al-MgZn₂ [8]

Les surfaces du liquidus (figure 1.1) donnent une idée de l'ensemble du diagramme Al-Zn-Mg. Outre les composés intermétalliques binaires :

($\beta \rightarrow Al_3Mg_2$). ($\gamma \rightarrow Al_{12}Mg_{17}$). ($\nu \rightarrow MgZn_5$). ($\eta \rightarrow MgZn_2$). ($\epsilon \rightarrow MgZn$).

Il existe un composé ternaire T de formule $(Al\ Zn)_{49}\ Mg_{32}$ auquel on donne plus souvent formule approchée $Al_2Mg_3Zn_3$ [16].

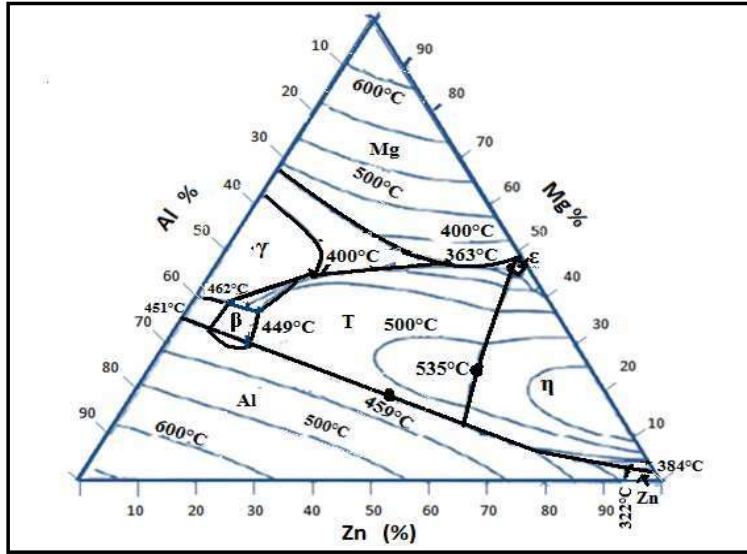


Figure 1.2: Diagramme Al-Zn-Mg. Projection du liquidus [8]

2.2. Composition chimique des alliages 7000

Dans la figure (1.2) sont présentées certains alliages du groupe 7000. Les éléments d'addition essentiels sont le zinc, le magnésium et le cuivre. Le magnésium avec le zinc sont responsables du durcissement et sur l'amélioration des propriétés mécaniques par les précipitations des phases transitoires et de la phase MgZn₂ [7].

Alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	V	Ti	Others ⁽¹⁾		Remarks
											Each	Total ⁽²⁾	
7039				0.10	2.3	0.15		3.5					The remainder is aluminium
7020	0.30	0.40	0.10	0.40	3.3	0.25		4.5		0.10	0.05	0.15	The remainder is aluminium ⁽³⁾
	0.35	0.40	0.20	0.50	1.4	0.35		5.0			0.05	0.15	
7075			1.2	2.1	0.18			5.1					The remainder is aluminium ⁽⁴⁾
	0.40	0.50	2.0	0.30	2.9	0.28		6.1		0.20	0.05	0.15	
7475			1.2	1.9	0.18			5.2					Zr: 0.08–0.15 The remainder is aluminium
	0.10	0.12	1.9	0.06	2.6	0.25		6.2		0.06	0.05	0.15	
7050			2.0	1.9				5.7					Zr: 0.08–0.15 The remainder is aluminium
	0.12	0.15	2.6	0.10	2.6	0.04		6.7		0.06	0.05	0.15	
7010			1.5	2.1				5.7					Zr: 0.10–0.16 The remainder is aluminium
	0.12	0.15	2.0	0.10	2.6	0.05	0.05	6.7		0.06	0.05	0.15	
7049A			1.2	2.1	0.05			7.2					Zr + Ti: 0.25 The remainder is aluminium
	0.40	0.50	1.9	0.50	3.1	0.25		8.4			0.05	0.15	
7072 ⁽⁵⁾	Si + Fe							0.8					The remainder is aluminium
		0.7	0.10	0.10	0.10			1.3			0.05	0.15	

⁽¹⁾Includes the listed elements for which no specific limit is given.
⁽²⁾The total of these other metallic elements, each with a percentage of 0.010 or more, is given to two decimal places before addition.
⁽³⁾Zr: 0.08–0.20; Zr + Ti: 0.08–0.25.
⁽⁴⁾A limit of 0.20 max. for Ti + Zr can be used for extruded and forged products by mutual agreement between the supplier or the producer and the client.
⁽⁵⁾Cladding alloy.

Figure 1.3: Composition chimique des alliages Al-Zn-Mg [5].

Les effets du cuivre sur les alliages de la série 7000 sont nombreuses. On peut distinguer deux sous familles de ce groupe : alliages avec cuivre et alliages sans cuivre.

2.2.1. Les alliages de la série 7000 sans cuivre :

L'alliage représentatif est le 7020 dont les caractéristiques principales sont :

- Caractéristiques mécaniques moyennes assez voisines de celles de l'acier ;
- Bonne aptitude à la déformation à chaud et à froid ;
- Bonne soudabilité opératoire et métallurgique ;
- Bonne résistance à la corrosion sous tension ;
- Faible vitesse critique de trempe qui permet la trempe à l'air si l'épaisseur est assez faible ;
- Domaines de mise en solution avec trempe très important (350 à 550°C) [4].

2.2.2. Les alliages de la série 7000 avec cuivre

Ces alliages, du fait de leurs caractéristiques mécaniques relativement élevées T6, constituent par excellence les alliages d'aluminium dite à haute résistance. Toutefois les caractéristiques mécaniques élevées sont obtenues, à l'état T6, au détriment de la résistance à la corrosion sous tension et également à la résistance à la rupture fragile. C'est pourquoi des traitements de revenu spéciaux ont dû être mis en point afin de conférer aux alliages Al-Zn-Mg-Cu une résistance à la corrosion sous tension acceptable ; cependant cette amélioration a été obtenue aux dépens d'une diminution plus ou moins sensible de la résistance mécanique [4].

2.3. Caractéristiques physiques des alliages 7000

Les propriétés physiques des principaux alliages Al-Zn-Mg sont présentées dans la figure (1.4).

Alliage	Masse volumique (kg/dm ³)	Intervalle de fusion (°C)	Coefficient de dilatation linéique				Capacité thermique massique (J/kg · K)	État	Conductivité thermique (W/m · K)	Résistivité (en 10 ⁻⁸ Ω · m)
			- 50 à + 20 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	+ 20 à + 100 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	+ 20 à + 200 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	+ 20 à + 300 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)				
7005 7020	2,78	604 à 645	21,4	23,1	24,0	25,0	875	O T5 T6	166 148 137	4,01 4,54 4,93
7049 A	2,82	477 à 627		23,4			960	T6	154	4,3
7050	2,83	490 à 635	21,7	23,5	24,4	25,4	860	O T76 T736	180 154 157	3,67 4,36 4,26
7072	2,71	640 à 655		23,5				O	222	2,90
7075	2,80	477 à 635	21,6	23,4	24,3	25,2	960	T6 T76 T73	130 150 155	5,22 4,48 4,31
7175	2,80	477 à 635	21,6	23,4	24,3	25,2	865	O T6 T736	177 142 155	3,75 4,79 4,31

Figure 1.4: Propriétés physiques des alliages Al-Zn-Mg [8].

2.4. Caractéristiques mécaniques des alliages 7000

Le tableau (1.9) donne les caractéristiques mécaniques types des Alliages 7020,7022 et 7075 :

On constate que les alliages de cette série possèdent des caractéristiques élevées par rapport aux alliages des séries 2000 et 6000.

Tableau 1.9: Caractéristiques mécaniques des alliages Al-Zn-Mg [8].

Alliage	Etat métallurgique	Epaisseur e (mm)	Caractéristiques en traction		
			R _m (MPa)	R _{p0,2} (MPa)	A (%)
7020	T6	0,35 ≤ e ≤ 40	320	280	10
7075	T651	6 ≤ e ≤ 12	540	460	8
		12 ≤ e ≤ 25	540	470	6
		25 ≤ e ≤ 50	530	470	6
		50 ≤ e ≤ 60	525	440	4
7022	T651	6.0 ≤ e ≤ 12.5	540	460	8
		12.5 ≤ e ≤ 60.0	530	460	8
		60.0 ≤ e ≤ 100.0	500	420	6
		100.0 ≤ e ≤ 150.0	490	400	6

3. L'alliage 7075

L'alliage 7075 d'aluminium est un alliage de forge traité à froid à haute résistance, bien supérieur à l'acier doux. Le 7075 est l'un des alliages commerciaux les plus résistants : résistance à la corrosion ordinaire, bonnes propriétés mécaniques et réaction anodique. Les grains fins améliorent les performances du perçage profond, améliorent la résistance à l'usure des outils et rendent le filetage unique [9].

3.1. Composition chimique

Le zinc est le principal élément d'alliage du 7075. L'ajout de magnésium à un alliage contenant 3 à 7.5 % de zinc peut former du $MgZn_2$ avec un effet de renforcement significatif, rendant l'effet de traitement thermique de cet alliage bien supérieur à celui de l'alliage binaire aluminium-zinc. L'augmentation de la teneur en zinc et en magnésium de l'alliage améliorera encore sa résistance à la traction, mais sa capacité à résister à la corrosion sous contrainte et à la corrosion par pelage diminuera en conséquence. La composition chimique, en pourcent massique, de cet alliage selon la norme NF EN 573 - 3 est présentée dans le tableau 11 [9].

Tableau 1.10:Composition chimique de l'alliage d'aluminium 7075

Si (%)	Fe (%)	Cu (%)	Mn (%)	Mg (%)	Cr (%)	Zn (%)	Ti (%)
0.3 – 0.4	0.2 – 0.5	1.2 – 2.0	0.1 – 0.3	2.1 – 2.9	0.18 – 0.28	5.6 – 6.1	0.1 – 0.2

3.2. Traitements thermiques de l'alliage 7075

L'alliage Al-7075 répond aux traitements thermiques de durcissement par vieillissement qui lui donnent des propriétés mécaniques extrêmement élevées. Cependant, cet alliage présente un certain degré de sensibilité à l'entaille. L'alliage 7075 présente une bonne formabilité dans des conditions recuites et dans des conditions 7075-T6 à des températures élevées. Après traitement thermique, il peut atteindre des caractéristiques de résistance très élevées. L'alliage d'aluminium 7075-T651 est particulièrement de haute qualité et est connu comme le meilleur produit en alliage d'aluminium, avec une résistance élevée et bien supérieure à tout acier doux.

L'alliage EN AW-7075 a une bonne usinabilité à l'état recuit, peu ou pas de gauchissement se produit pendant le processus de durcissement par vieillissement. Sa résistance à la corrosion est bonne et est encore améliorée par le traitement thermique et le vieillissement. L'alliage résiste à la fissuration par corrosion sous contrainte à l'état 7075-T73. L'alliage Al-7075 a différentes tailles et peut être utilisé pour les bandes, les plaques, les barres, les fils, les tubes sans soudure, les pièces forgées, les formes et les extrusions Les états appliqués à cet alliage sont : [9]

➤ Etat mûri ou T4

Il est défini comme un état de l'alliage obtenu à la suite d'une MES suivie d'une trempe à l'eau, puis d'une maturation à la température ambiante

➤ Etat durci ou T6

C'est un état obtenu par un simple traitement de revenu à 135, 3° C pendant 12 heures après le stade de la décomposition

➤ Etat sur-revenu T73

L'état T73 est obtenu par une succession de revenus (7 heures à 105 °C puis 24 heures à 160°C) après le stade de la maturation [11].

➤ Etat T3

Cet état illustré correspond à une mise en solution pendant une durée de maintien suivie d'une trempe, d'un écrouissage et d'une maturation à l'ambiante [9].

➤ Etat T8

Mise en solution, écroui et revenu [11].

3.3. Micrographie de l'alliage 7075

La micrographie de la figure (1.5) montre une structure granulaire de la matrice α . La figure montre aussi la présence d'inclusions. La taille de ces inclusions influence les propriétés mécaniques et la soudabilité de l'alliage. La figure (1.6) Présente une structure de laminage. La figure (1.7) correspond à l'alliage 7075 à l'état T6.

La structure est composée de la matrice α et du précipité $MgZn_2$ [10].

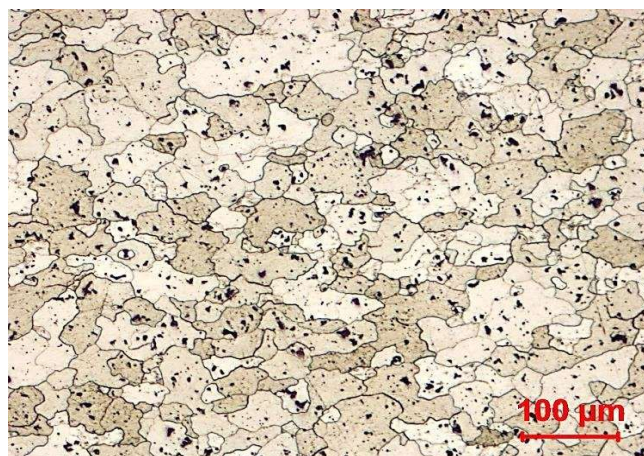


Figure 1.5 : Microstructure de l'alliage 7075 Recuit



Figure 1.6: Microstructure de l'alliage 7075-T6 laminé

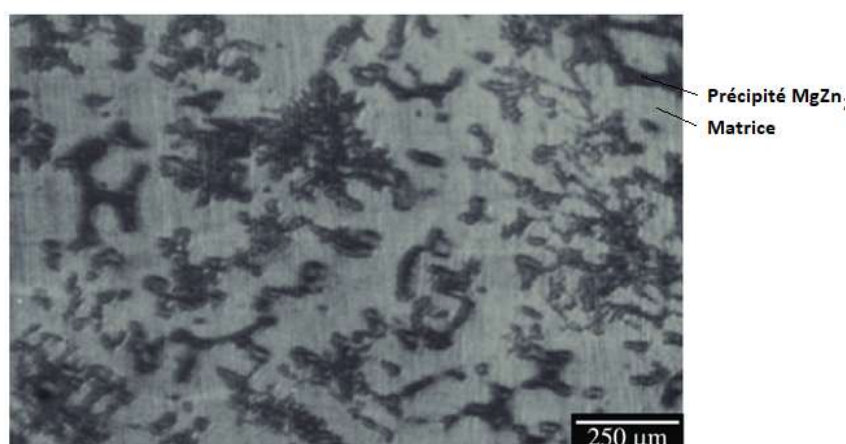


Figure 1.7: Microstructure à l'état revenu T6 de l'alliage d'aluminium 7075

3.4. Propriétés mécaniques de l'alliage 7075

L'alliage d'aluminium 7075 Possède des caractéristiques mécaniques de résistance (dureté, limite élastique et résistance à la rupture) élevées par rapport aux autres alliages d'aluminium. Ces caractéristiques sont proches de celles des aciers doux. D'autre part, l'alliage possède une excellente résistance à la fatigue. Ces qualités associées à la légèreté font de cet alliage un matériau de choix pour beaucoup d'applications industrielles en particulier les industries automobile et aéronautique [7].

Tableau 1.11: Caractéristiques mécaniques de l'alliage d'aluminium 7075 [7]

Propriétés mécaniques	Métrique
Dureté, Brinell	150
Dureté, Knoop	191

Dureté, Rockwell A	53.5
Résistance ultime à la traction (MPa)	572
Limite d'élasticité en traction (MPa)	503
Résistance au cisaillement (MPa)	331
Résistance à la fatigue (MPa)	159
Module d'élasticité (GPa)	71,7
Elongation (%)	11

4. Le soudage de l'aluminium et ses alliages

Le soudage des alliages d'aluminium est relativement plus onéreux à cause de la grande affinité pour l'oxygène (à l'état fondu) et à la grande sensibilité à la fissuration et à la corrosion. La maîtrise des alliages et des procédés permet d'effectuer des soudures de qualité.

4.1 Les procédés de soudage adaptés à l'alliage 7075

Les procédés de soudage pour l'alliage 7075 comprennent le soudage TIG (Tungstène Inert Gas), le soudage par résistance, le FSW (Friction Stir Welding) et le soudage laser. Ces techniques sont largement employées pour souder l'aluminium 7075 en raison de ses propriétés spécifiques et de ses exigences particulières en matière de soudage. Chaque méthode de soudage présente ses avantages et ses limites, et le choix dépendra des besoins précis de l'application ainsi que des caractéristiques propres à l'alliage d'aluminium 7075 [13].

4.2. La soudabilité de l'alliage 7075

Les alliages d'aluminium 7075 peuvent présenter une propension à la fissuration par corrosion sous contrainte après le processus de soudage. Ce phénomène est particulièrement pernicieux, car il n'est pas immédiatement détectable une fois le soudage terminé. La fissuration se manifeste généralement ultérieurement, pendant l'utilisation du composant. Initialement, l'assemblage soudé peut sembler de haute qualité.

En ce qui concerne le soudage, les alliages 2XXX et 7XXX, incluant le 7075, sont généralement considérés comme difficilement soudables par le procédé de soudage à l'arc, en raison de leur propension à la fissuration par corrosion sous contrainte après le soudage.

Concernant le soudage par fusion en général, il est vivement recommandé d'éviter toute réparation par ce procédé sur les composants en alliage 7075, car cela pourrait conduire à des défaillances graves.

En résumé, le soudage à l'arc et le soudage par fusion et en général ne sont pas adaptés à l'alliage 7075, en raison de sa sensibilité accrue à la fissuration. L'utilisation de ces techniques sur cet alliage d'aluminium est fortement déconseillée [13].

5. La corrosion d'alliages 7075

L'aluminium 7075 a tendance à se corroder, notamment dans les environnements industriels et marins, car sa teneur en cuivre augmente cette sensibilité. A noter dans le cas où l'alliage soudable 7000 présente de mauvaises propriétés de corrosion à l'état revenu. Par conséquent, la ZAT de l'alliage d'aluminium 7075 T6 doit être protégée. Le post-recuit améliore considérablement le problème.

Cependant, malgré cette susceptibilité, il est encore largement utilisé dans des contextes exigeants en raison de ses propriétés mécaniques supérieures : haute résistance, ténacité, bonne ductilité et résistance exceptionnelle à la fatigue. Cela est particulièrement vrai dans les secteurs de l'aérospatiale et de la défense.

5.1. Facteurs de corrosion de l'alliage 7075

1. Teneur élevée en cuivre : des sources indiquent que la teneur en cuivre de l'alliage 7075 augmente la susceptibilité à la corrosion par rapport aux autres alliages d'aluminium.
2. Environnements corrosifs : des sources mentionnent que l'alliage 7075 n'est pas recommandé pour une utilisation dans les environnements industriels et marins, car cela peut favoriser la corrosion.
3. Traitement thermique : Certaines sources suggèrent que le traitement thermique appliqué à l'alliage 7075 peut modifier la microstructure et affecter sa résistance à la corrosion.
4. Présence d'impuretés et d'éléments d'alliage : Des éléments tels que le fer peut réduire la résistance à la corrosion de l'alliage 7075, bien que du manganèse puisse être ajouté pour réduire cet effet.

5.2. Les formes de corrosion de l'alliage 7075

5.2.1. Corrosion par piqures

L'aluminium est susceptible à la corrosion par piqûres dans des milieux dont le pH est proche de la neutralité, comme tous les environnements naturels tels que les eaux de surface, l'eau de mer et l'humidité atmosphérique. Ce type de corrosion se développe sur des sites où le film d'oxyde naturel présente des défauts tels que l'amincissement, la rupture, les lacunes, ainsi qu'une concentration très localisée en impuretés ou en éléments d'addition. Ces zones deviennent anodiques par rapport à la surface environnante dans un électrolyte conducteur comme l'eau ou l'humidité [4].

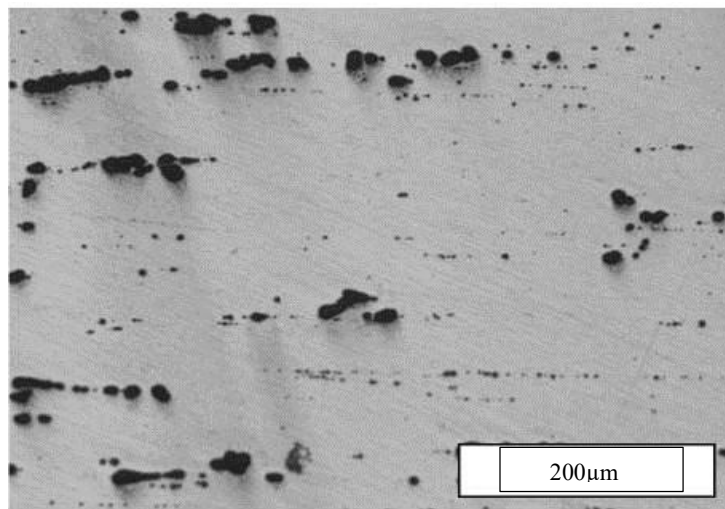


Figure 1.8: Corrosion par piqures de l'alliage 7075 T7351 après 2h [4].

5.2.2. Corrosion intergranulaire

Il s'agit d'une forme de corrosion qui se propage dans le métal en consommant uniquement les zones associées aux joints de grains. Elle peut être liée à la structure atomique et à la composition des joints de grains en l'absence de précipitation (corrosion intergranulaire hors précipitation) ou à la décoration des joints de grains par une précipitation (corrosion intergranulaire liée à la précipitation d'une seconde phase) [14].

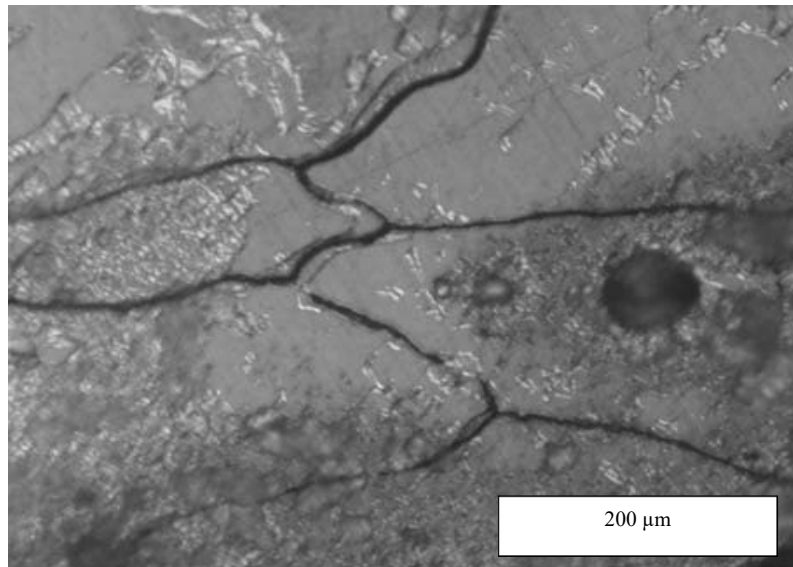


Figure 1.9: Corrosion intergranulaire de l'alliage 2024 T351, après 24 h d'immersion dans une solution 0,1 M de Na₂SO₄ + 0,1 M de NaCl.

5.2.3. Corrosion exfoliante ou feuilletante

C'est également une forme de corrosion intergranulaire qui se propage suivant une multitude de plans parallèles à la direction de transformation. Des feuillets de métal inattaqués très minces subsistent entre ces plans et sont repoussés par le gonflement des produits de corrosion et s'écartent de la surface du métal comme les feuilles d'un livre. L'alliage 7075 est très sensible à ce type de corrosion [14].

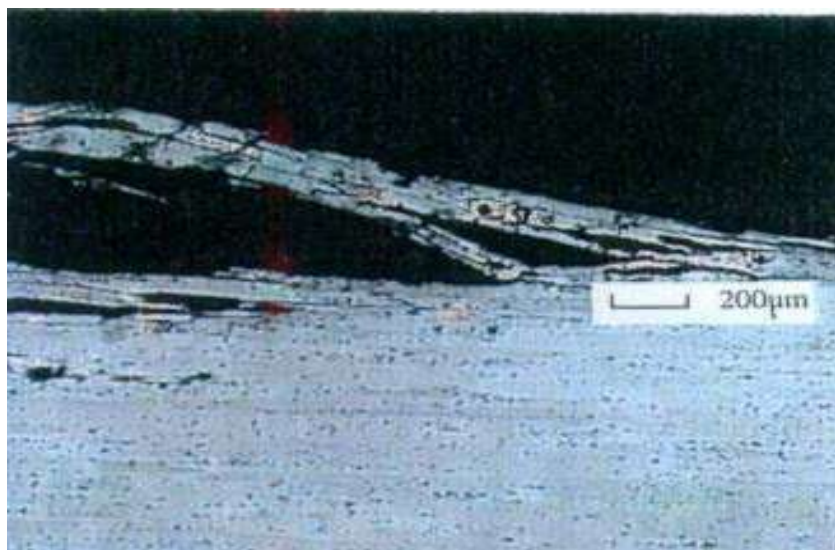


Figure 1.10: Photomicrographie MEB d'un alliage 2024 T351 développant de la corrosion feuilletante [14].

5.2.4. Corrosion galvanique

Ce type de corrosion se produit lorsque deux métaux différents sont en contact électrique dans le même milieu électrolytique engendrant la formation d'un couple galvanique [14].

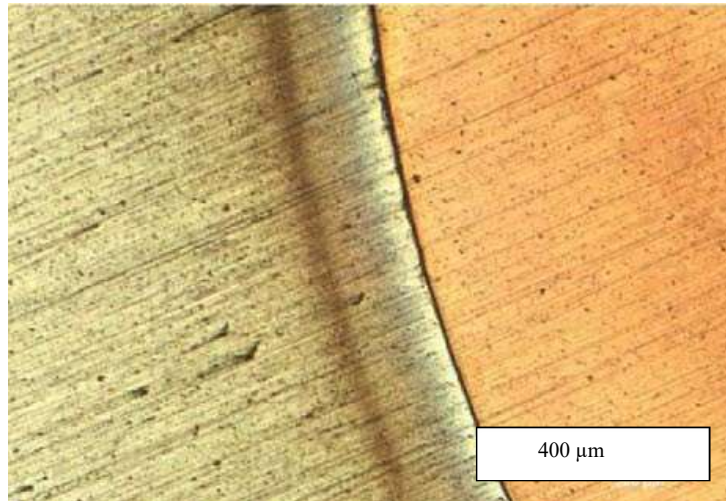


Figure 1.11: Micrographie optique de l'interface d'un couple galvanique Al pur / Cu pur après 24 h d'immersion en milieu Na₂SO₄ 10⁻³ M [14].

5.2.5. La corrosion uniforme

Ce type de corrosion se traduit par une diminution d'épaisseur uniforme et régulière de toute la surface du métal. Pour l'aluminium et ses alliages, cette forme de corrosion se rencontre surtout dans les milieux très acides ou très alcalins dans lesquels la solubilité du film d'oxyde naturel est grande [4].

5.2.6. Corrosion sous contrainte

Appelée également corrosion sous tension, cette forme de corrosion résulte de l'action combinée d'une contrainte mécanique (flexion, traction...), d'un milieu corrosif (qui séparément n'aurait pas d'action importante ou appréciable sur la tenue du métal) et de la température. La corrosion sous contrainte aboutit dans certains cas à des ruptures de pièces en service.

La propagation des criques (ou fissures) de corrosion sous contrainte se fait toujours dans le cas des alliages d'aluminium, le long des joints de grains.

Concernant presque exclusivement les alliages à durcissement structural des séries 2000 et 7000, dont certains sont très utilisés dans la construction aéronautique, cette forme de corrosion a fait l'objet de très nombreuses études fondamentales depuis 50 ans. Ces études ont abouti à la mise au point de composition d'alliages, de gammes de transformation (en laminage ou en forgeage) et de conditions de traitements thermiques rendant la plupart de ces alliages insensibles à la corrosion sous contrainte [4].

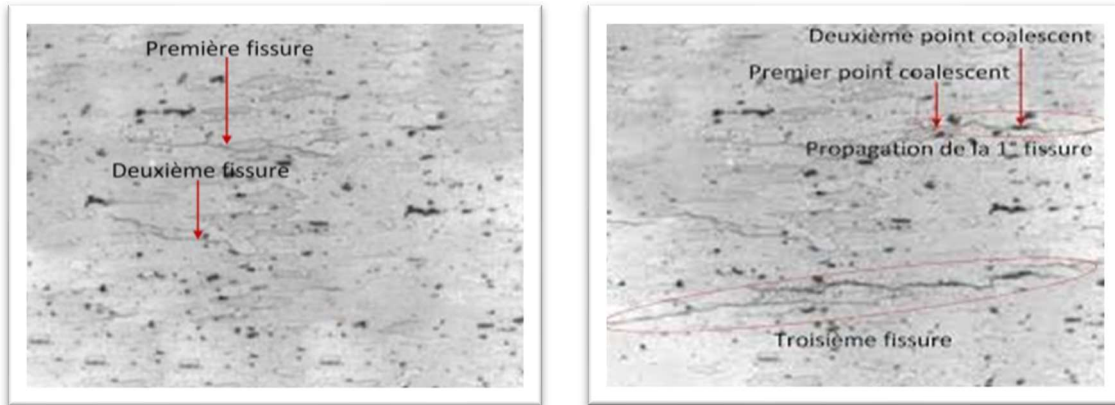


Figure 1.12:Micrographe (L-T) du 7075T6. a) après 33h d'exposition sous 40°C.
b) après 69h d'exposition sous 40° [4].

6. Avantages et limites de l'alliage 7075

6.1. Avantages de l'alliage 7075

Les avantages de l'utilisation de l'alliage d'aluminium 7075 en raison de sa légèreté et de ses propriétés mécaniques sont :

Rapport résistance/poids supérieur : Comparé à d'autres alliages d'aluminium courants tels que le 6061-T6 et le 5083-H112, l'aluminium 7075 offre une résistance supérieure.

- Le matériau présente d'excellentes performances mécaniques, avec une résistance à la traction supérieure à 572 MPa.
- Une limite d'élasticité supérieure à 503 MPa et un allongement supérieur à 9 %.
- Leur légèreté les rend idéaux pour les applications où la réduction de poids est importante, comme les industries aérospatiale et automobile.
- Excellente résistance à la fatigue : l'aluminium 7075 présente une excellente résistance à la fatigue, permettant au matériau de résister à des contraintes répétées sans succomber. Cette caractéristique les rend idéales pour les applications avec des charges cycliques et garantit une durabilité et une fiabilité à long terme.

- Bonne usinabilité : L'usinabilité de cet alliage le rend facile à souder, à usiner et à former, offrant une flexibilité dans le processus de production. Cela augmente la polyvalence d'utilisation du 7075 dans une variété d'applications industrielles [12].

6.2. Limitations de l'alliage 7075

- Susceptibilité à la corrosion naturelle : L'aluminium 7075 est sensible à la corrosion naturelle, ce qui est important dans les applications exposées à des environnements corrosifs dans des contextes maritimes ou industriels, cela peut représenter une restriction. Ce qui nécessite des précautions supplémentaires et dans certains cas, un traitement particulier pour protéger les composants de l'usure due à la corrosion ;
- Coût élevé par rapport aux autres alliages : Comparé à d'autres alliages d'aluminium, le 7075 a tendance à être cher. Cela peut en faire une option coûteuse dans certaines situations de production, en particulier lorsque des alternatives moins chères offrant des performances satisfaisantes sont disponibles. Par conséquent, il est important d'examiner attentivement le rapport coût-bénéfice lors de la prise de décision concernant l'utilisation de cet alliage ;
- Difficile à souder : Un autre point à considérer est la difficulté de souder cet alliage. Ce processus nécessite des compétences et des équipements spécialisés pour obtenir une connexion de haute qualité. La complexité du soudage peut avoir un impact sur la conception et la fabrication des composants et nécessite une planification et une préparation supplémentaires pendant le processus de fabrication [12].

7. Application d'alliage de l'aluminium 7075

Cet alliage d'aluminium est largement utilisé dans divers domaines industriels en raison de ses excellentes propriétés mécaniques et physiques.

Dans l'industrie aérospatiale et de défense, l'aluminium 7075 est le choix privilégié pour les applications critiques exigeantes nécessitant des performances mécaniques et une résistance à la fatigue élevées. Il est utilisé pour fabriquer des pièces structurales telles que des pièces d'avions et des systèmes de défense où la robustesse et la fiabilité sont importantes.

Dans l'industrie automobile, l'aluminium 7075 est utilisé pour les composants hautes performances tels que les bras de commande et les étriers de frein. Sa combinaison de légèreté et d'excellente résistance à la corrosion en fait un matériau idéal pour les applications nécessitant des pièces légères mais robustes, contribuant ainsi à améliorer les performances et l'efficacité du véhicule.

Cet alliage est également utilisé dans l'industrie maritime pour les composants exposés aux conditions océaniques difficiles, tels que les arbres d'hélice et plaque de coque. Sa résistance à la corrosion en fait un choix fiable pour les applications marines où la protection contre l'abrasion par l'eau salée est essentielle à la durabilité des composants.

Dans le secteur des équipements sportifs, il est utilisé dans la fabrication de cadres de bicyclettes, de clubs de golf, de skis et d'autres équipements sportifs. La combinaison de résistance et de légèreté du matériau le rend idéal pour les applications qui nécessitent des composants robustes et performants pour aider les athlètes à atteindre des performances optimales pendant leurs mouvements.

En raison de ses propriétés exceptionnelles, l'aluminium 7075 s'est avéré être un choix fiable et polyvalent dans divers secteurs industriels, contribuant à améliorer les performances et la durabilité des composants dans une large gamme d'applications [12].

Conclusion

L'alliage 7075 est l'un des matériaux les plus importants pour l'industrie aérospatiale et de défense en raison de sa résistance exceptionnelle et de sa résistance à la fatigue. Ces caractéristiques en font le choix idéal pour les applications critiques exigeantes dans des domaines hautement spécialisés et critiques.

L'un de ses points forts est que le 7075 offre un excellent rapport résistance/poids, surpassant les autres alliages d'aluminium courants et offrant des performances mécaniques supérieures. Leur légèreté les rend idéaux pour les applications où la réduction de poids est importante, comme les industries aérospatiale et automobile.

De plus, son excellente résistance à la fatigue permet au matériau de résister à des contraintes répétées sans compromis, garantissant ainsi une durabilité à long terme.

Toutefois, certaines limites doivent être prises en compte, notamment : Ceux-ci incluent sa susceptibilité à la corrosion naturelle, nécessitant des précautions supplémentaires dans les applications exposées à des environnements corrosifs, et son coût relativement élevé par rapport aux autres alliages d'aluminium. Un autre point important est la difficulté de la soudure. Ce processus nécessite des compétences et des équipements spécialisés pour réaliser des connexions de haute qualité et influence la conception et la fabrication des composants.

Malgré ces limitations, l'alliage 7075 trouve de nombreuses applications dans divers domaines industriels en raison de ses excellentes propriétés mécaniques et physiques. Dans les secteurs de l'aérospatiale, de la défense, de l'automobile, de la marine et des articles de sport, ce matériau est utilisé dans diverses applications nécessitant résistance, fiabilité et performances supérieures.

En fin de compte, l'alliage 7075 s'impose comme un choix fiable et polyvalent qui contribue à améliorer les performances et la durabilité des composants dans de nombreux environnements industriels.

CHAPITRE 2

DURCISSEMENT STRUCTURAL DES ALLIAGES D'ALUMINIUM SERIE 7000

Introduction

La diversité des phases dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu rend ce système très complexe : elles peuvent être stables ou métastables, et elles améliorent très probablement les propriétés mécaniques du matériau par durcissement structural.

A ce sujet, rappelons qu'Alfred Wilm a découvert accidentellement le durcissement structural en 1906 après un raisonnement erroné. Wilm a tenté de durcir l'alliage Al-Cu-Mg en le trempant selon le modèle de l'acier. Les éprouvettes laissées sur le banc après deux jours d'immersion ont montré un durcissement important [17]. C'est le point de départ de nouvelles technologies qui améliorent les propriétés mécaniques des métaux. Pour l'aluminium en particulier, c'est précisément grâce à cette technologie que ses alliages sont devenus les plus utilisés dans le domaine de transport.

À partir de la fin des années 1950, de nombreux travaux se sont concentrés sur la simulation du durcissement en étudiant l'interaction entre dislocations et précipités et les mécanismes de précipitation (principalement par germination et croissance) [18].

1. Durcissement structural des alliages aluminium

Le durcissement structural des alliages d'aluminium, appelé aussi durcissement par précipitation, est dû à des transformations métallurgiques à la suite des traitements thermiques de mise en solution de trempé et de revenu, aboutissant à la précipitation à l'intérieur des grains ou aux joints de grains, de précipités de phase durcissante avec un module de cisaillement supérieur à celui de la matrice. Les particules précipitées offrent donc par nature une meilleure résistance au déplacement des dislocations, mais au-delà de leur caractéristique cristallographique, leur taille et leur distribution dans la matrice jouent un rôle fondamental dans le durcissement. [4,19].

Seuls les alliages d'aluminium des séries 2000 (AlCu), 6000 (AlMgSi) et 7000 (AlMgZn) ont la capacité de durcir par précipitation [19].

Voici un tableau qui résume les séquences de précipitation pour chaque série :

Tableau 2.1 : La séquence de précipitation dans les alliages Aluminium à durcissement structural

Série d'Alliages	Alliage Principal	Élément(s) d'Alliage	Séquence de Précipitation
2000	Al-Cu	Cu	Solution solide (S) → Zones de Guinier-Preston (GP) → θ'' → θ' → θ (Al ₂ Cu)
6000	Al-Mg-Si	Mg, Si	Solution solide (S) → Clusters atomiques de Mg et Si → GP → β'' → β' → β (Mg ₂ Si)
7000	Al-Zn-Mg	Zn, Mg	Solution solide (S) → GP → η'' → η' → η (MgZn ₂)

2. Le vieillissement des alliages aluminium

Le terme vieillissement représente tout phénomène lent et irréversible de la structure, dans lequel la morphologie ou la composition du matériau se modifie, sous l'effet de son instabilité propre et de son interaction avec l'environnement [20].

Le vieillissement des alliages d'aluminium est un processus métallurgique qui modifie et améliore les propriétés mécaniques de l'alliage (la résistance, la dureté, l'allongement...), par la formation et la croissance de particules précipités à l'intérieur de la structure de l'Aluminium.

Le durcissement par vieillissement est décrit par deux termes : « vieillissement naturel » (VN) et « vieillissement artificiel » (VA) : Le premier se fait à « température ambiante », le second à des « températures élevées » [21].

2.1. Le vieillissement naturel

Le vieillissement est dit naturel, lorsque les propriétés de l'alliage traité thermiquement se change pendant un revenu à température ambiante.

Le taux de vieillissement est lié au type d'alliage, et puisque ce mécanisme naturel est stable et lent, il peut durer de quelques jours jusqu'à plusieurs années [22].

2.2. Le vieillissement artificiel

Il s'agit d'un processus de chauffage à une température supérieur à la température ambiante, et un maintien à cette température selon les objectifs souhaités et la nature du matériau traité, cela accélère la précipitation et augmente la dureté par rapport au vieillissement naturel. Le vieillissement artificiel des alliages aluminium est généralement effectué à des basses températures allant jusqu'à 240°C [22].

3. Traitements de durcissement structural des alliages d'Aluminium

La capacité de traiter thermiquement un alliage provient de l'augmentation de la solubilité à l'état solide des éléments d'addition sous l'effet de la température [23].

En maîtrisant les traitements thermiques et la précipitation des éléments d'alliage, il est possible d'optimiser les propriétés mécaniques résultantes, c'est pourquoi les liens entre le traitement thermique, la précipitation et les propriétés mécaniques ont été largement étudiés [24].

Dans cette partie qui suit, les principales étapes communes aux traitements thermiques classiques sont présentées.

3.1. Mise en solution

Le but de la mise en solution est principalement de dissoudre la plus grande partie des composés précipités lors de l'élaboration et les traitements précédents (coulée, homogénéisation et laminage à chaud). Son objectif est de remettre en solution solide tous les éléments d'addition : zinc, magnésium et cuivre. La mise en solution a également une grande influence sur la structure granulaire. Par un ajustement des paramètres clés de la mise en solution tel que la vitesse de montée en température, le temps et température de maintien, On peut maîtriser les phénomènes de restauration et de recristallisation, et contrôler la taille des grains ou la fraction recristallisée. Ce traitement se fait à haute température il a donc un important effet sur la concentration en lacunes qui augmente considérablement jusqu'à environ 10^{-4} d'après Embury et Nicholson (1965). Cette densité accrue de lacunes est essentielle car elle favorise la précipitation durcissante pendant le revenu.

Le gradient thermique généré par la trempe entraîne de fortes contraintes internes de nature thermique dans le matériau.

Comme l'a souligné Thompson (1975), il est préférable d'optimiser cette mise en solution en travaillant à des températures plus élevées, plutôt qu'en allongeant la durée des traitements [25].

3.2. Trempe

La trempe a pour but de maintenir le matériau dans l'état obtenu après le traitement de mise en solution (les éléments d'addition en solution solide et une densité accrue en lacunes). La trempe industrielle consiste à immerger les tôles dans un grand volume d'eau froide.

Les vitesses de trempe sont élevées dans le cas de tôles minces grâce à l'excellente conductivité thermique des alliages d'aluminium. En revanche, le refroidissement global de la pièce est plus long pour les tôles épaisses, et les vitesses de trempe ne sont pas uniformes restant plus faibles au cœur de la tôle [25].

3.3. Le détensionnement

Le détensionnement est une déformation plastique, comme le planage ou le dressage, que peuvent subir les alliages après la trempe. Son objectif est de réduire les contraintes résiduelles de trempe par relaxation plastique. Il implique en une déformation d'environ 2% obtenue par traction dans le sens du laminage [26].

3.4. La maturation

Après la trempe, la solution solide sursaturée est dans un état hors équilibre (métastable). Elle a donc tendance à revenir à l'état d'équilibre en expulsant sous forme de précipités une partie des éléments d'alliage en sursaturation. Ainsi, lors du maintien à température ambiante qui suit la trempe, la solution solide se décompose en formant une grande quantité de petits amas d'atomes de soluté appelés zones de Guinier-Preston, aux nœuds du réseau. Ces zones faciliteront la précipitation ultérieure lors du revenu, soit par germination hétérogène, soit par transformation in-situ [26].

3.5. Le revenu

Le revenu est un chauffage ultérieur à une température entre 120°C et 150°C, qui permet de compléter la séquence de durcissement structural par précipitation de phases stables et métastables. Pendant le revenu, le dureté atteint un maximum connu sous le nom de pic de dureté. Au-delà de ce pic, les états sur-revenus sont souvent utilisés pour améliorer la résistance à la corrosion et la ténacité des alliages (cf. figure 2.1) [26].

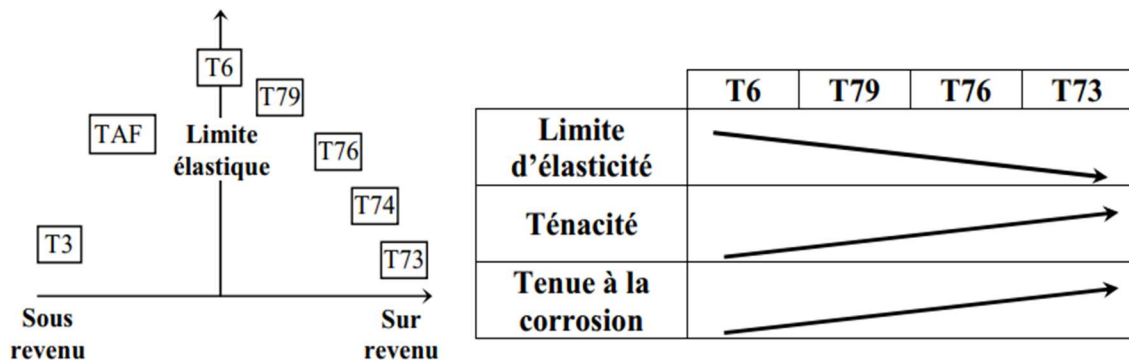


Figure 2.1 : Evolution classique de quelques propriétés d'un alliage à durcissement structural au cours des différents traitements thermiques [26].

Désignation des états métallurgiques

L'état métallurgique d'un alliage, lié à ses propriétés mécaniques et résultant d'un traitement thermique, est désigné par une norme standard décrite dans la norme NF EN 515, pour les alliages corroyés [27].

Un traitement thermique est désigné par la lettre "T" suivi d'un numéro de 1 à 9. Voici une liste des principales désignations qui nous intéressent :

- T1 refroidi après mise en forme à chaud et mûri ;
- T2 refroidi après mise en forme à chaud, écroui et mûri ;
- T3 mis en solution, écroui et mûri ;
- T4 c'est l'état après une mise en solution suivi d'un vieillissement naturel jusqu'à l'obtention d'un état pratiquement stable ;
- T5 refroidi après mise en forme à chaud et revenu ;
- T6 mis en solution et revenu dit « au pic de durcissement » ;

- T7 mis en solution et sur-revenu, où la phase stable apparaît et la dureté diminue. Certaines propriétés comme la ténacité et la résistance à la corrosion peuvent être améliorées par ce traitement ;
- T8 mis en solution, écroui et revenu ;
- T9 mis en solution, revenu et écroui.

L'adjectif "51" suivant le traitement thermique indique la présence d'un dimensionnement après la trempe (ex. T351, T651, T7651). Les caractéristiques mécaniques dépendent directement de l'état de revenu de l'alliage, et les paramètres de ces traitements thermiques comme le temps et la température, permettent de maîtriser les propriétés de l'alliage qui en résultent [26].

4. Microstructure et durcissement structural des alliages 7000

Les alliages d'aluminium avec un durcissement maximal appartiennent au système Al-Zn-Mg-(Cu) (série 7000). Ces alliages bénéficient d'un bon durcissement structural grâce à une décomposition complexe impliquant des phases stables et métastables [26].

4.1. Nature des phases des alliages Al-Zn-Mg-Cu

La grande diversité des phases présentes dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu rend ce système très complexe. Ces phases qu'elles soient stables ou métastables, peuvent améliorer le comportement mécanique du matériau par durcissement structural.

Les différentes phases qui peuvent apparaître dans les alliages de la série 7000 se répartissent en trois catégories :

- 1- **Les précipités durcissants** qui contrôlent les propriétés mécaniques plastiques du matériau telles que la limite d'élasticité et le taux d'écrouissage.
- 2- **Les dispersoïdes** qui permettent de maîtriser les phénomènes de recristallisation.
- 3- **Les particules intermétalliques**

Les propriétés mécaniques dépendent fortement de la taille et la distribution de ces phases. [25].

4.1.1. Les précipités durcissants

Ils permettent le durcissement structural et sont composés principalement de zinc, de magnésium et de cuivre. Ces précipités se forment grâce à la décomposition de la solution solide à des températures relativement basses (100°C-200°C). Cette décomposition suit plusieurs étapes qui forment la séquence de précipitation [28].

Les tailles des précipités durcissants sont généralement comprises entre 1 et 10 nm, ce qui permet d'obtenir un durcissement optimal [24].

Dans les alliages de la série 7000, plusieurs séquences de décomposition de la solution solide peuvent se produire, impliquant des phases métastables et stables, en fonction de la composition de l'alliage et de la température du traitement de précipitation. Les séquences de précipitation possibles sont illustrées dans la figure (2.2) :

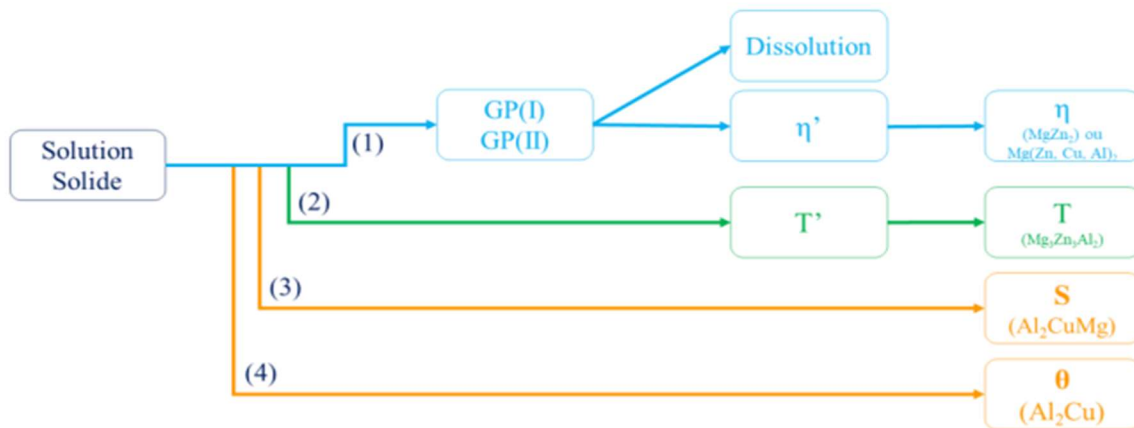


Figure 2.2 : Différentes séquences de précipitation possibles dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu [28]

La séquence de précipitation (2) $SSS \rightarrow T' \rightarrow T$ $((Al, Zn)_{49} Mg_{32})$, est favorisée thermodynamiquement par une concentration en Mg supérieur à 2 en poids [29] et par un traitement de précipitation à des températures supérieures à 200°C. Cela s'explique par le fait que la germination des phases T nécessite une énergie d'activation plus élevée que celle de la séquence (1), qui se produit à des températures plus basses (Embury, 1965) [30]. Par ailleurs, les alliages avec un ratio plus élevé en cuivre favorisent la formation des phases S ou θ [31].

4.1.1.1. Les zones de Guinier Preston (zones GP)

Cette séquence débute par la décomposition de la solution solide sursaturée à basse température, formant des amas d'atomes connus sous le nom de zones-GP qui partagent la même structure cristallographique que la matrice [32]. Ces zones sont complètement cohérentes avec la matrice et peuvent être cisailées par les dislocations (Lyman, 1976 ; Thompson 1987). Elles peuvent adopter une forme de plaquettes (voir figure 2.3) mais aussi de sphères, comme l'ont observé Embury et Nicholson [30] ainsi que Mukhopadhyay [33]. Des observations par MET haute résolution par Hono confirment que les zones GP formées dans les alliages Al-Zn-Mg sont principalement sphériques, indiquant une faible distorsion du réseau [Hono, 1992].

D'après plusieurs études, il semble exister deux types de zones-GP, différenciées notamment par leur composition.

- Dlubek et ses collaborateurs [34] ont identifié la coexistence de zones-GP composées d'Al et de Zn, ainsi que d'autres composées d'Al-Zn-Mg et de lacunes, cette dernière se produisant principalement lorsque le pourcentage de Mg est supérieur à 1%.
- Selon Nagy et ses collaborateurs [35], des mesures par DSC, montrent l'existence des zones-GP [Mg, Zn] et [Mg, Zn, Cu] pour les alliages Al-Zn-Mg-Cu. Le cuivre semble favoriser la germination des zones-GP, conduisant à un durcissement accru au cours des premières heures de revenu [36].

En outre, la formation des zones-GP dépend également de la température. Diverses études indiquent l'existence d'une première famille GP(I) qui se forme à température ambiante sur les plans parallèles aux plans {100} de la matrice [28]. Waterloo a proposé un second type de zones GP, GP(II), qui se forme à température intermédiaire (70°-100°C), lors de revenus des alliages Al-Zn-Mg (Waterloo, 2000). Ces dernières ont été observées en MET haute résolution sur un alliage 7108 (7000 sans Cu) (Berg, 2001). Elles sont décrites comme des couches riches en zinc sur les plans {111}Al. Concernant les alliages Al-Zn-Mg-Cu, ces deux types de zones GP ont récemment été observés et imagés en MET (Li, 2007).

D'après Thompson, le cuivre semble favoriser la germination des zones GP, ce qui entraîne un durcissement significatif dès les premières heures de revenu (Thompson, 1987).

Selon Lyman et Vander Sande, les zones GP évoluent en zones sphériques ordonnées hexagonales avant la germination de la phase métastable η' (Lyman, 1976). On peut distinguer les GP(I) des GP(II) par leur taille, les GP(I) sont généralement plus petits que les GP(II).

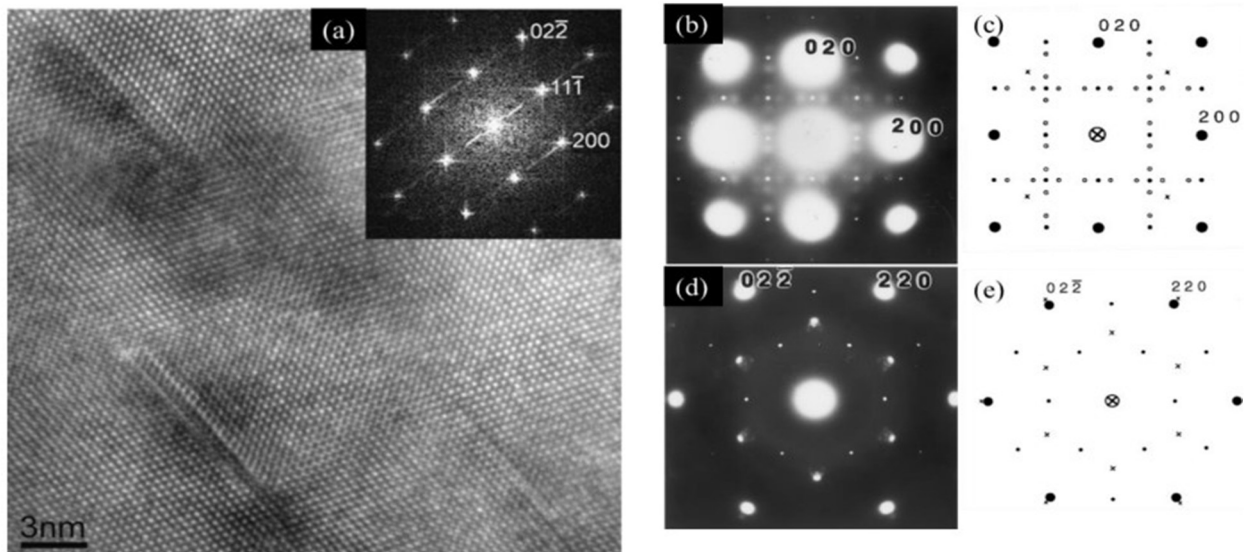


Figure 2.3 : (a) Image MET-HR (Al [110]) des zones-GP(I) et (II) dans un alliage 7050 [39]. (b) et (d) sont des clichés de diffraction d'un alliage Al-Zn-Mg après 1,5h à 100°C en projection [001] et [111]. (c) et (e) sont les représentations schématiques des clichés de diffraction (b) et (d) respectivement [40].

Les lacunes jouent un rôle important dans la formation des zones-GP. En effet, la concentration de lacunes à l'équilibre dans l'aluminium dépend de l'énergie libre de formation des lacunes G_f et de la température T :

$$C_v \approx e^{\left(\frac{G_f}{kT}\right)} \quad (2.1)$$

Avec k la constante de Boltzmann. La fraction D_q de lacunes conservées lors de la trempe dépend du coefficient de diffusion des lacunes D_v , à la température de trempe T_q et à la vitesse de la trempe τ_q . E_m est l'énergie de mouvement des lacunes [37] :

$$D_q = D_v e^{\left(\frac{-E_m}{kT_q}\right)} \quad (2.2)$$

La concentration de lacunes après une trempe dépend principalement de la vitesse de trempe et de la présence de puits de lacunes. La perte minimale de lacunes lors d'une trempe est observée à des vitesses très rapide et à des températures basses [38].

Les lacunes jouent également un rôle dans la cinétique de germination et de croissance des zones-GP grâce aux interactions solutés-lacunes, notamment avec les atomes de zinc pour la germination et les atomes de magnésium pour la croissance. En ce qui concerne la cinétique de diffusion, elle semble être influencé par le déplacement des atomes de magnésium en raison de leur forte interaction Mg-lacunes [28].

Les zones-GP(II) agissent comme des précurseurs à la formation des principaux précipités durcissants : η' [28].

4.1.1.2. La phase η'

Cette phase apparaît à des températures intermédiaires, généralement entre 120°C et 180°C. [26]. Sa composition est plus proche de celle des zones-GP que de la phase stable MgZn₂, cela soutient l'hypothèse de leur formation sur les zones-GP préexistantes [41].

Il existe plusieurs propositions de composition pour cette phase, toutes variant selon les méthodes d'investigation utilisées. Selon Ringer (2000), il est difficile déterminer précisément la composition de cette phase, car elle évolue en termes de chimie pendant le revenu en fonction du temps et de la température (Ringer, 2000). Dubost et Sainfort (1985) lui attribuent la composition Mg₃Zn₁₁Al (Dubost, 1985) et indiquent que son solvus est d'environ 250°C (Poulose, 1974). Une récente étude de Dumont et al. Confirme cette composition pour l'alliage 7108 à l'état T6, avec environ 55% Zn, 25% Mg et 20% Al (Dumont, 2005). Pour les alliages 7000 contenant du cuivre, ce dernier semble également influencer la formation de cette phase en élargissant son domaine de stabilité relative (Dubost), ainsi qu'en favorisant la germination des zones GP selon Thompson et al. (Thompson, 1987).

La phase η' est semi-cohérente et se présente sous forme des plaquettes selon les plans (111) de l'aluminium : $(0001)_{\eta'} \parallel (111)_{Al}$ et $(12\bar{1}0)_{\eta'} \parallel (110)_{Al}$ selon Gjønnes et Simensen (Gjønnes, 1970), ou se forme de disques de faible épaisseur selon Park et Ardell (Park, 1983). Celle-ci peut être cisailée par les dislocations. Li et al. (Li, 1999) confirment par des observations en MET haute résolution la structure hexagonale de η' par différentes études. Mondolfo et al. (Mondolfo, 1956), Graf (Graf, 1956) et Auld et Cousland (Auld, 1971) ont déterminé respectivement les paramètres de maille $a = 0.496$ nm et $c = 0.868$ nm, $a = 0.496$ nm et $c = 1.403$ nm et $a = 0.489$ nm et $c = 1.374$ nm, et un groupe d'espace correspondant à P6m2.

Les relations généralement admises entre η' et la matrice d'aluminium sont les suivantes :

$$a \equiv \left(\frac{1}{3}\right) [\bar{1}\bar{1}20]_{\eta'} = \left(\frac{1}{2}\right) [11\bar{2}]_{Al} \qquad c \equiv [0001]_{\eta'} = 2[111]_{Al} \qquad (2.3)$$

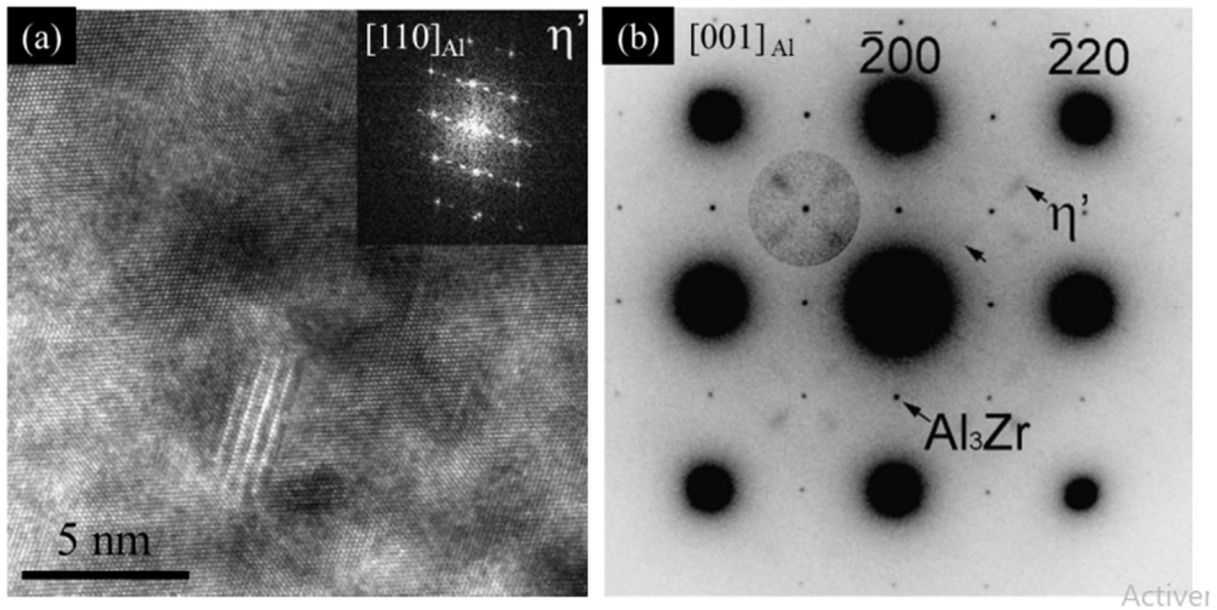


Figure 2.4:(a) Image MET-HR d'une microstructure d'alliage 7050 contenant des plaquettes de η' et (b) un cliché de diffraction en axe $[001]_{Al}$ faisant apparaître des spots appartenant à la phase η' et aux dispersoïdes Al_3Zr [28].

C'est cette phase qui confère à l'alliage sa plus grande limite d'élasticité, cependant, elle est instable, et pour des temps de vieillissement prolongés se transforme en phase η [28].

4.1.1.3. La phase η

Cette phase est la phase stable. À l'équilibre thermodynamique, les précipités sont généralement incohérents avec la matrice (voir figure 2.5) et qui sont cependant semi-cohérents lorsqu'elles sont de petite taille, les dislocations ne peuvent alors plus les cisailer et vont donc les contourner [28].

Elle a la composition théorique $MgZn_2$ dans les alliages ternaires (avec moins de 10% d'aluminium (Dumont, 2005) cependant, elle présente souvent des écarts à la stœchiométrie. En effet, le ratio Zn/Mg a tendance à évoluer au cours du revenu. Le cuivre et l'aluminium ont tendance à se substituer au zinc et la composition généralement observée est plutôt $Mg(Zn, Al, Cu)_2$ pour les alliages au cuivre. Les quelques études menées jusqu'alors ne parviennent pas à cerner sa composition exacte [25,26].

La phase η a une structure hexagonale de paramètres de maille $a = 0.515$ à 0.523 nm et $c = 0.848$ à 0.862 nm (Adenis, 1967) [26] et un groupe d'espace $P63/mmc$ [69]. Onze orientations cristallographiques différentes avec la matrice sont possibles et sont reportées et notées de η_1 à η_{11} , toutes récapitulées par Degisher (Degisher, 1980). Cependant, il est intéressant de noter que dans les alliages industriels ternaires et quaternaires, trois variantes sont majoritairement observées : η_1 , η_2 , η_4 (Degisher, 1980; Gjønnes, 1970) [28].

Elle commence à se former à 180°C [42], mais également à des températures plus basses lorsque le temps de recuit est assez long pour transformer la phase métastable. Sa température de solubilité est d'environ 370°C (Poulose, 1974). Cette phase est composée de nombreuses variantes, ayant différentes relations d'orientation avec la matrice, et liées à de nombreux sites de germination.

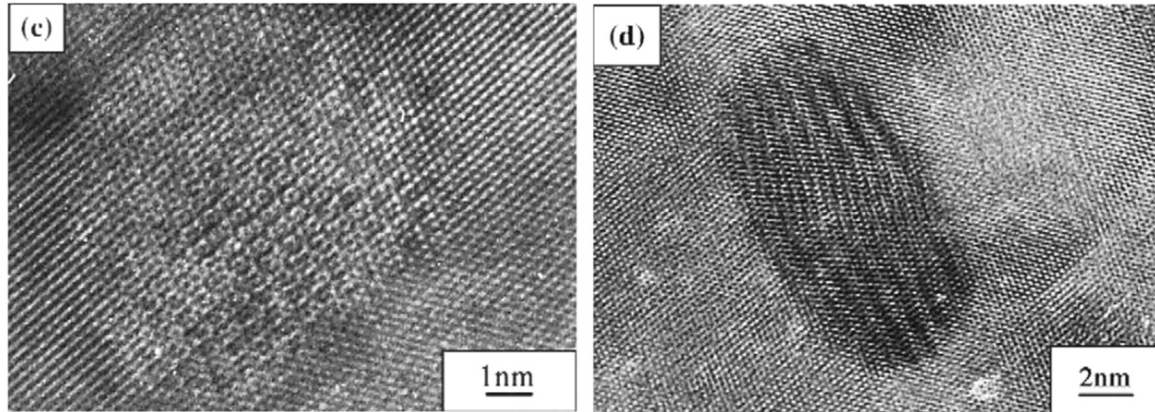


Figure 2.5: Images en METHR selon l'axe de zone [100] d'un alliage Al 6.23Zn 2.8Mg 1.58Cu (7h115°C, 12h160°C) ; à gauche η' semi cohérent ; à droite η non cohérent (Li, 2007)[28]

Le tableau 2.2 résume les caractéristiques des précipités évoqués :

Tableau 2.2 : Caractéristiques des précipités participant au processus de durcissement structural [26].

	Zones GPI	η'	η
Stœchiométrie		$Mg_3Zn_{11}Al$ ou autre	$MgZn_2$ $Mg(Zn, Cu, Al)_2$
Forme	Sphérique	Plaquette	Ellipsoïde
Structure	Couches alternées de Mg et Zn sur (100)	Hexagonal Compact a = 0.496 nm b = 0.868 nm	Hexagonal Compact a = 0.521 nm b = 0.860 nm
Cohérence	Oui	Semi	Non
Stabilité	Métastable	Métastable	Equilibre
Température de dissolution (°C)	150	250	370

4.1.1.4. La phase S

La phase S (Al_2CuMg) se précipite dans les alliages d'aluminium riche en cuivre et magnésium. Elle peut se former dans la matrice sous la forme de fine aiguille alignée dans la direction $\langle 100 \rangle$, ou également sous la forme de bâtonnet de 100nm de long. Zhang et al. ont aussi noté la présence des phases S à la forme de bâtonnet le long des joints de grains, tandis que Guillaumin et al. ont également pu observer la présence de la phase S aux joints de grains sous la forme de fines aiguilles, comme dans la matrice [43].

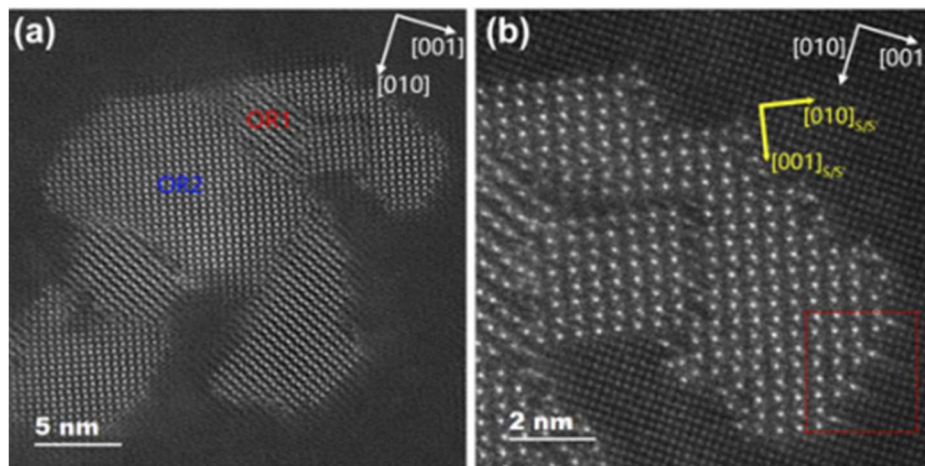


Figure 2.6 : Caractérisation STEM des précipités S dans des conditions de sur-vieillessement de 70 heures. (a) Morphologie générale des précipités ; (b) illustration de l'interface entre la phase S et la matrice [45].

4.1.1.5. La phase T

La précipitation de la phase T ($(Al, Zn)_{49}Mg_{32}$), est favorisée thermodynamiquement lorsque la concentration en Mg $> 2\%$ pds et un traitement de précipitation au-dessus de $200^{\circ}C$ car la germination des phases T nécessite une énergie d'activation plus importante que la séquence (1) qui se fait à plus basse température (Embury, 1965) [30].

À des températures de vieillissement élevées, et probablement aux joints de grains à des températures de vieillissement basses, la phase T se forme. Ce précipité est présent sous forme d'une dispersion grossière, comme le montre la figure (2.7), et a une morphologie irrégulière. Les diagrammes de diffraction de cette phase, figure (2.8), peuvent être indexés selon la structure cubique proposée par Laves et al [30].

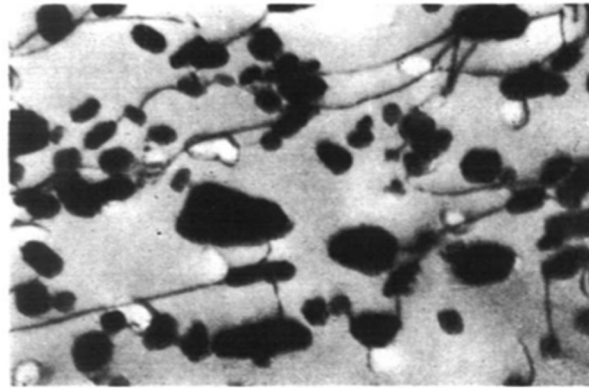


Figure 2.7: Alliage trempé à l'eau depuis 465°C et vieilli pendant 20 heures à 300°C montrant la morphologie irrégulière typique de la phase T. x 64,000 [30].

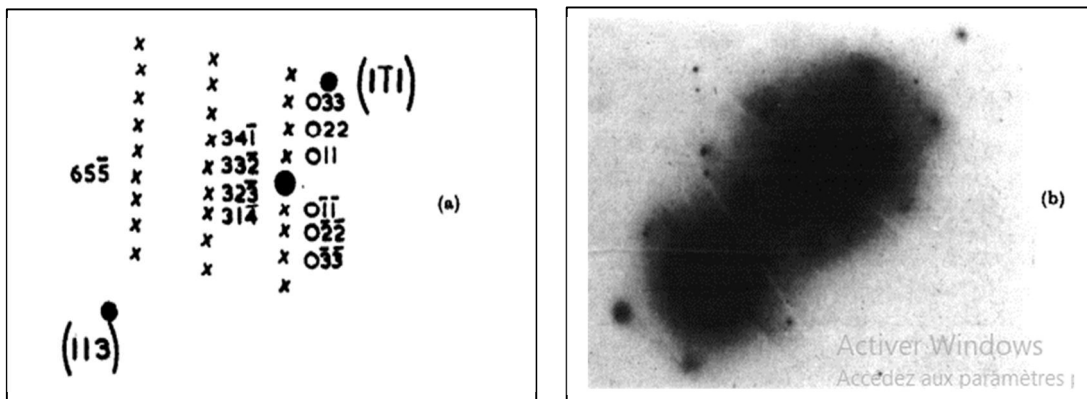


Figure 2.8 : Diagramme de diffraction de la figure (2.8) montrant un motif de réseau croisé a (633) de la phase T dans une zone de matrice proche de (110) [30].

4.1.2. Les dispersoïdes : La phase β

En plus des éléments d'alliage, des ajouts d'éléments de transition sont généralement effectués en faibles quantités (0.05 à 0.8% en masse [Dubost])[28]. Ces éléments sont destinés à affiner le grain de coulée (rôle de Ti et Zr) et à inhiber ou retarder la recristallisation des demi-produits cela est dû à des phénomènes d'ancrages des joints de grains lors de leur mise en forme à chaud ou lors de la mise en solution ultérieure car ils sont immiscibles à ces températures de traitement (rôle de Mn, Cr, Zr et Sc). Ces éléments ont toujours une faible solubilité et une très faible diffusivité dans l'aluminium à l'état solide. L'élément le plus utilisé dans les alliages 7000 est le zirconium [26].

Lors de l'homogénéisation ou, à défaut, lors de la mise en solution, ces éléments précipitent sous forme de particules dispersées, de phases binaires ou ternaires, communément appelés « dispersoïdes ». Leur taille, variant d'environ 50 à 500 nm, dépend des conditions

d'homogénéisation, de mise en solution ou de solidification. Ainsi, Mächler et al observent, dans les alliages 7000, une dispersion homogène de phase α' (Al_3Zr), réduisant fortement le taux de recristallisation (Mächler, 1991).

De plus, les dispersoïdes présentent deux structures différentes, l'une stable appelée β et l'autre métastable β' . Les précipités β' ont une structure cubique L12 avec un paramètre de maille égal à 0.408 nm (Nes, 1972).

L'opération de laminage conduit à un aplatissement des grains et les dispersoïdes sont donc répartis en bandes allongées suivant la direction de laminage [25].

4.1.3. Les particules intermétalliques

Plusieurs types de précipités grossiers se forment pendant la coulée. Ils contiennent des éléments présents à l'état d'impuretés dans les alliages industriels, tels que le fer et le silicium, et forment des composés intermétalliques extrêmement stables comme les phases Mg_2Si et $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ (figure 2.9) (Di Russo, 1986). Leur taille varie entre 1 et 10 μm [25]. Le fer ayant une solubilité très faible dans l'aluminium à température ambiante (<0,0025 pds%) ces intermétalliques ne peuvent être redissous à l'état solide. Ce qui pose problème. En effet ils sont néfastes pour certaines propriétés de l'alliage, facilitant la corrosion, et réduisant la tenue en fatigue ainsi que la ténacité [28].

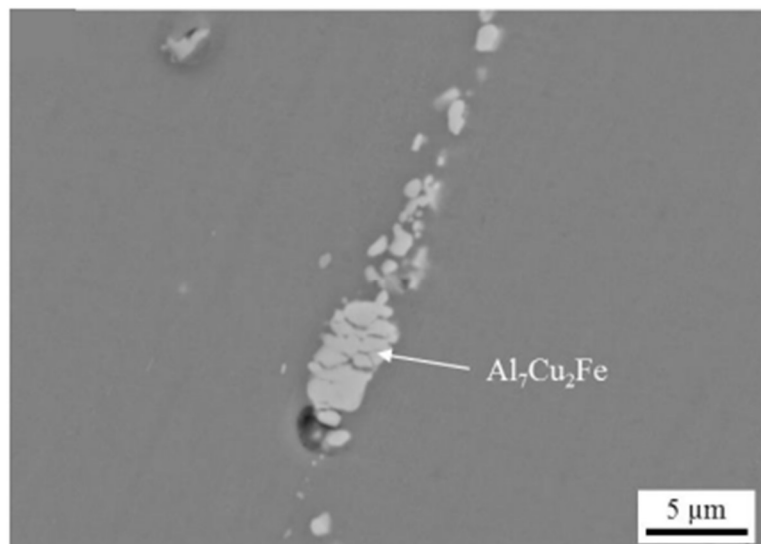


Figure 2.9 : Microstructure d'un alliage 7081 T73511 observée par microscopie électronique à balayage (MEB) : Précipitation des intermétalliques $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ à la surface de l'alliage [46].

Par ailleurs les traitements thermomécaniques ultérieurs entraînent de fortes modifications de leur morphologie. Les particules se brisent pendant l'opération de mise en forme et tendent à se répartir en amas très élancés, alignés selon la direction de laminage [25]. Une autre phase S

précipite également dans le cas des alliages quaternaires contenant du cuivre. Sa composition est proche de Al_2CuMg . Moins stable que les précédentes, elle peut se dissoudre pendant le traitement d'homogénéisation [25].

Le Tableau 2.3 offre un récapitulatif de la structure et des paramètres de maille de chacune de ces phases :

Tableau 2.3 : Nature cristallographique des particules intermétalliques [25]

phase	structure	Paramètres cristallographiques
Al_7Cu_2Fe	tétragonale	a = 0.634 nm c = 1.487 nm
Mg_2Si	cfc	a = 0.635
S - Al_2CuMg	orthorombique	a = 0.4 nm b = 0.923 nm c = 0.714 nm

Les particules intermétalliques influencent la position des grains recristallisés dans les alliages de la série 7000. Pendant le laminage, elles accumulent à l'interface avec la matrice une forte concentration d'énergie, stockée sous forme de dislocations. Elles peuvent ensuite servir de sites de recristallisation selon un mécanisme de type « PSN » (particle stimulated nucleation, Humphreys et Hatherly, 1995).

5. Principe de durcissement structural

Le principe fondamental de ce durcissement structural repose sur l'augmentation de la limite d'élasticité contrôlée par l'interaction des dislocations avec les précipités. Cette influence dépend de la taille des précipités, de leur fraction volumique, ainsi de leur structure cristallographique et de leur degré de cohérence avec la matrice [28].

Les précipités ralentissent ou bloquent les dislocations, augmentant ainsi la limite d'écoulement du matériau. Il existe deux types principaux d'interactions entre les précipités et les dislocations : le cisaillement et le contournement (contournement d'Orowan et glissement dévié). Les schémas regroupés dans la figure (2.10) illustrent ces principes. Les précipités contournés sont des obstacles forts, tandis que les précipités cisailés sont considérés comme des obstacles faibles [26].

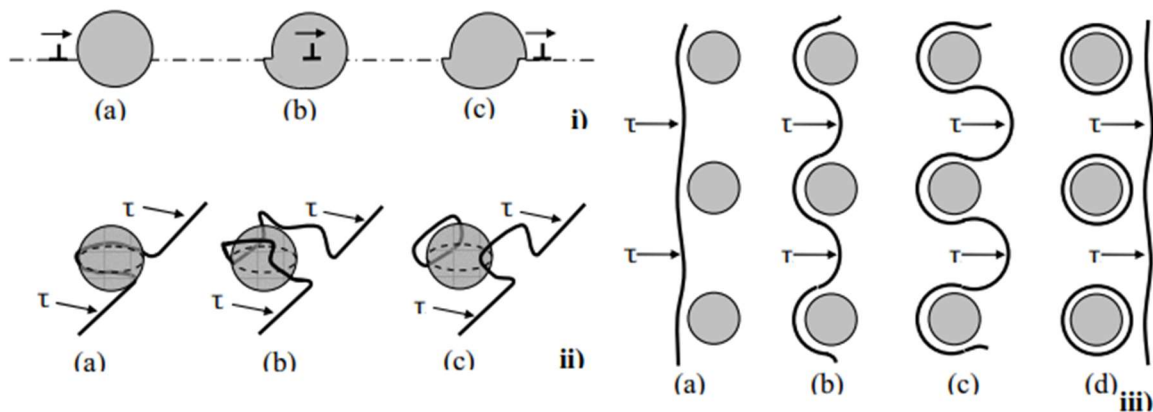


Figure 2.10 : i) Cisaillement d'un précipité par une dislocation, ii) Contournement par glissement dévié d'un précipité [26].

Le premier paramètre clef à considérer pour entraver le mouvement d'une dislocation est la force maximale F_m que le précipité peut supporter avant d'être franchi.

Dans le cas du régime de cisaillement, l'incrément de durcissement peut être exprimé comme suit :

$$\Delta\sigma_{cis} = M_T \frac{F_m}{bL} \quad (2.4)$$

Avec M_T le facteur de Taylor, b le vecteur de Burgers et L la distance inter-particules le long de la dislocation. Dans la plupart des alliages ces précipités sont de tailles nanométriques et cohérents (ou semi-cohérents) avec la matrice, ce sont des zones de Guignier-Preston (zones-GP) ou des précipités métastables.

Il existe un deuxième régime, celui du contournement des précipités, où la force d'obstacle atteint le double de la tension de ligne Γ_0 , cela se produit lorsque la dislocation se courbe jusqu'à décrire un demi-cercle entre deux obstacles. L'incrément de durcissement pour ce régime peut être exprimé comme suit :

$$\Delta\sigma_{con} = M_T \frac{2\Gamma_0}{bL} \quad (2.5)$$

Après s'être courbée, la dislocation laisse derrière elle une boucle de dislocation entourant le précipité, un phénomène connu sous le nom de mécanisme d'Orowan.

La transition entre ces deux régimes (Cisaillement/Contournement) se produit lorsque $F_m > 2\Gamma_0$, moment où le précipité passe de cohérent, voir semi-cohérent (cisailable), à incohérent (contournable). Il existe un rayon critique R_c au-delà duquel le régime de contournement prédomine.

$$R_c = 0,9 \frac{b}{\alpha} \quad (2.6)$$

α est la constante numérique représentant la force de l'obstacle (dans nos alliages de l'ordre de 1/10). Afin d'optimiser le durcissement structural, il est nécessaire d'atteindre un rayon de

précipité suffisamment grand pour que la force F_m soit maximum mais suffisamment petit pour ne pas passer en régime de contournement [44] comme schématisé dans la Figure 2.11.

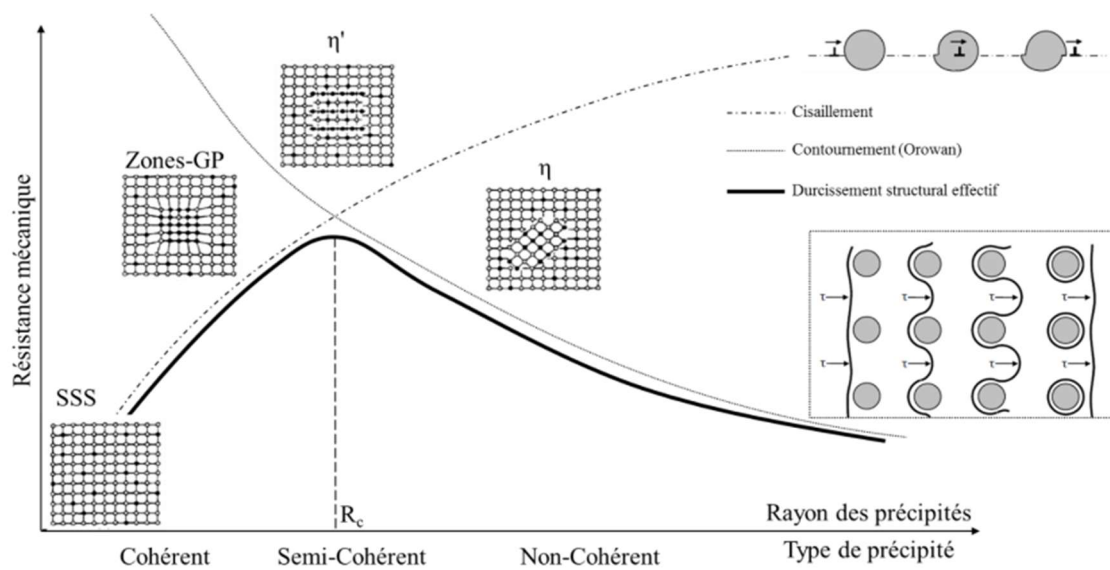


Figure 2.11: Évolution du durcissement structural en fonction de la taille et du type de précipité pour les alliages 7000

Il est essentiel d'obtenir une taille de précipités avec une fraction volumique précipitée le plus grand possible afin de maximiser le durcissement (réduire L dans les équations précédentes) [28].

5.1. Définition du pic de durcissement

Le pic de durcissement correspond à un état métallurgique particulier où les propriétés mécaniques en traction, comme la limite élastique ou la limite à rupture sont les plus élevées.

Les dislocations peuvent franchir les précipités de deux manières : par cisaillement ou par contournement. Le mode de franchissement opérant sera celui nécessitant la contrainte la plus faible. Classiquement, on considère que le pic de dureté correspond à la transition cisaillement et le contournement. Dans le cas du cisaillement, pour une fraction volumique donnée, les précipités seront d'autant plus difficiles à cisailer que leur taille est importante (car la surface du défaut chimique à créer dans le précipité pour le cisailer augmente avec le rayon (R)). Inversement, les précipités seront contournés d'autant plus facilement que la distance qui les sépare est grande (donc que leur rayon est grand). L'incrément de contrainte nécessaire au mouvement des dislocations varie selon la loi :

$$\Delta\tau \propto \sqrt{f_v \cdot R} \quad (2.7)$$

Pour les précipités cisailables et

$$\Delta\tau \propto \sqrt{f_v/R} \quad (2.8)$$

Pour les précipités contournés, où f_v désigne la fraction volumique précipitée. On comprend qualitativement que, pour une fraction volumique donnée, les précipités seront cisailés s'ils sont en dessous d'un rayon critique, et contournés s'ils sont au-dessus (cf. figure 2.12).

Cependant, les conditions réelles de traitement thermique ne peuvent être décrites de manière aussi simple. Premièrement, au cours des traitements thermiques, la succession de rampes et de paliers à différentes températures entraîne une évolution compliquée de la précipitation, incluant la dissolution, la croissance et la coalescence. Il est donc incorrect de raisonner à fraction volumique constante. De plus, dans notre cas, la séquence de précipitation passe par des phases cohérentes, semi-cohérentes (cisailables) et incohérentes (non-cisailables). Ainsi, le passage d'une phase cohérente à une phase incohérente, ou la perte de cohérence d'une même phase, entraîne une transition entre cisaillement et contournement, même si la taille des précipités ne correspond pas au rayon critique de transition de la phase cohérente. En outre, si l'on considère une distribution en taille poly-disperse, les deux mécanismes se produisent simultanément dans le matériau [26].

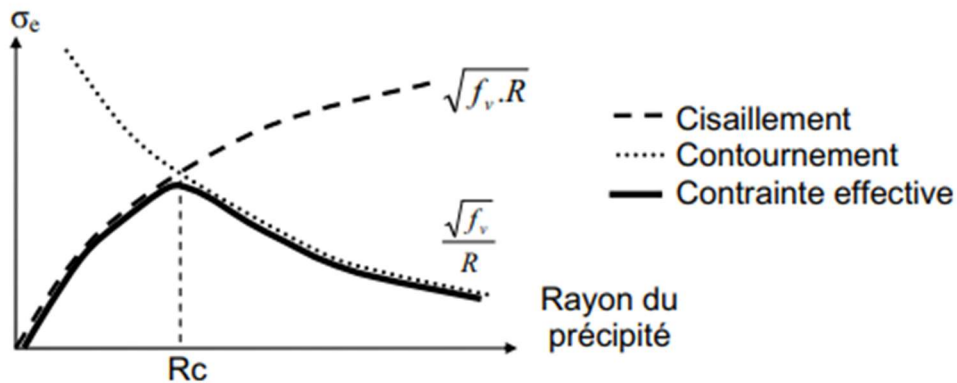


Figure 2.12: Contrainte seuil de franchissement des dislocations en fonction du rayon des obstacles [26].

5.2. Processus de décomposition

5.2.1. Précipitation hétérogène grossière

Les défauts présents dans le matériau, tels que les dislocations et les joints de grains, sont des sites privilégiés pour la précipitation en raison de la germination thermodynamiquement favorisée. Ce type de précipitation est qualifié d'hétérogène. Dans les alliages de la série 7000,

trois lieux de précipitation hétérogène sont identifiés : aux joints de grains, sur les dislocations et sur les dispersoïdes [26].

A) Précipitation sur les joints et sous-joints de grains

Ces défauts du réseau cristallin sont des sites privilégiés pour la précipitation. Ils peuvent libérer de l'énergie lors de la germination, rendant ce processus plus facile, et la diffusion y est plus rapide, permettant une croissance plus rapide des précipités par rapport à se situer dans le volume.

La précipitation aux joints et sous-joints de grains conduit à des précipités plus grossiers que ceux formés dans le volume, voire parfois de phase différente, entourés d'une zone libre de précipités (ZLP et « precipitate free zone » PFZ en anglais) (Figure 2.13). Cette configuration entraîne de nombreuses perturbations des propriétés, comme la corrosion, la ténacité, et la fatigue. Cependant ces types de défauts étant généralement présents en faible quantités, ce phénomène ne devient significatif que dans certains cas particuliers [28].

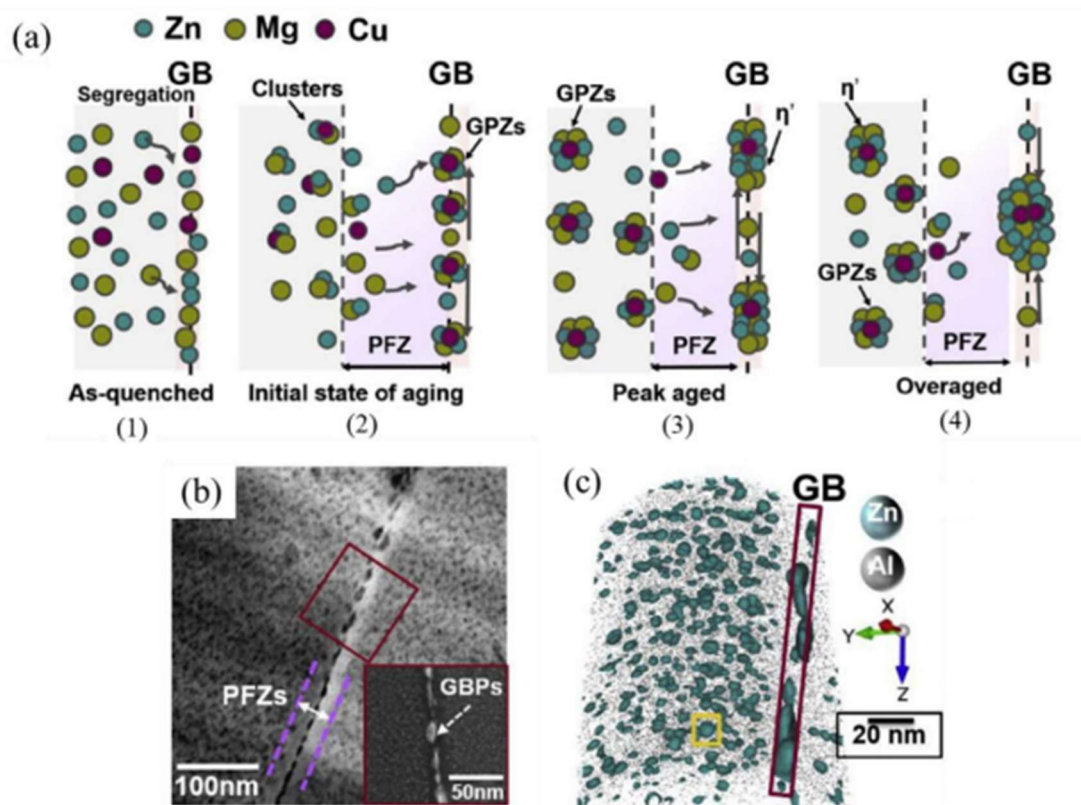


Figure 2.13: (a) Schémas de la précipitation aux joints de grains et de la formation des PFZs pendant un recuit sur un alliage 7000 [47].

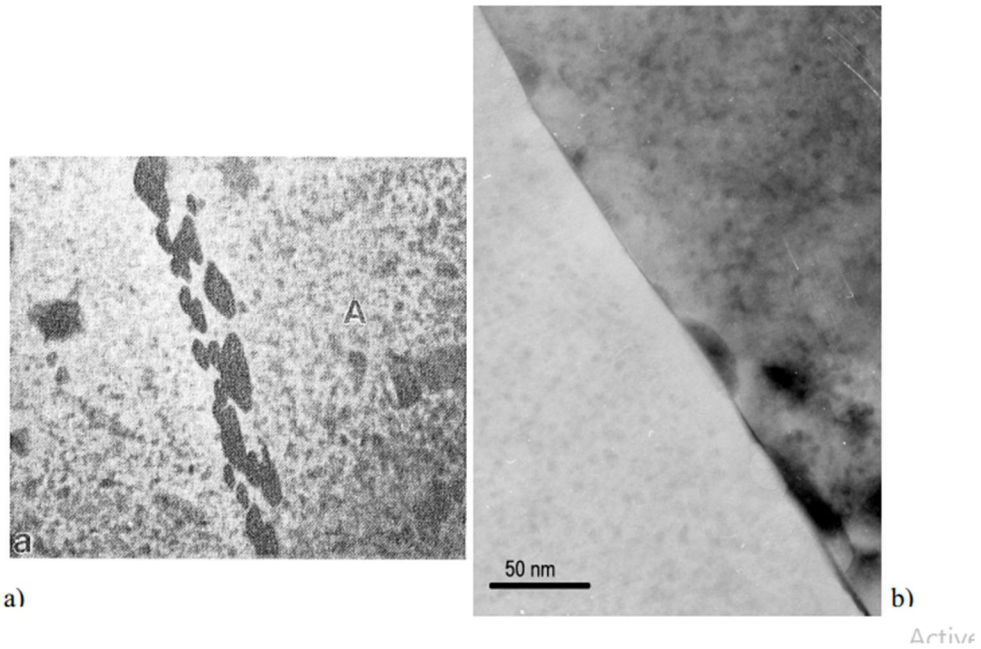


Figure 2.14: Images en MET de joints de grains fortement désorientés ; a) dans le cas du 7075 T73 [Park, 1986] ; b) dans le cas du 7449 T651 [25].

B) Précipitation sur les dislocations

Tout comme les joints et sous-joints de grains, les dislocations sont des sites de germination préférentiels en termes d'énergie, et le transport des solutés y est également plus rapide. Ainsi une précipitation plus grossière et plus précoce que dans le volume y est donc également observée [48].

Le cœur de la dislocation ayant une structure atomique perturbée, la précipitation peut y être de nature différente à celle se produisant dans le volume, se traduisant, par exemple, par la formation d'une phase stable en opposition à une phase métastable dans le volume [28].

5.2.2. Précipitation homogène fine

La séquence de précipitation dans les alliages 7000 (avec ou sans cuivre) dépend fortement de son histoire thermomécanique, notamment la trempe, la maturation et le traitement thermique (rampe, température...) ainsi que sa composition chimique [26].

Deux mécanismes distincts sont généralement proposés dans la littérature :

- **Solution solide** → **zones Guinier-Preston (GP)** → η' → η (a)
- **Solution solide** → **T'** → **T**(b)

La séquence de précipitation (a) est la plus souvent évoquée au cours des traitements multipaliers (maturation + revenus) [25].

Les zones GP se forment à basse température (lors de la maturation) et peuvent devenir des sites de germination pour des phases plus stables [26].

La formation des zones GP est fortement influencée par la sursaturation locale en lacunes après trempe. Ces lacunes se combinent avec les atomes de solutés en solution solide, pour créer de petits complexes. Le niveau de sursaturation en lacunes, après trempe, est déterminé par deux paramètres principaux : la température de mise en solution et la vitesse du refroidissement qui suit. La formation des zones GP se caractérise par une faible énergie d'activation, environ 0.4 eV (Lorimer et Nicholson, 1966), dans une plage de température allant de l'ambiante à 100-155°C [25].

6. Cinétiques de précipitation

Le processus de précipitation se décompose généralement en trois étapes : la germination, la croissance et la coalescence.

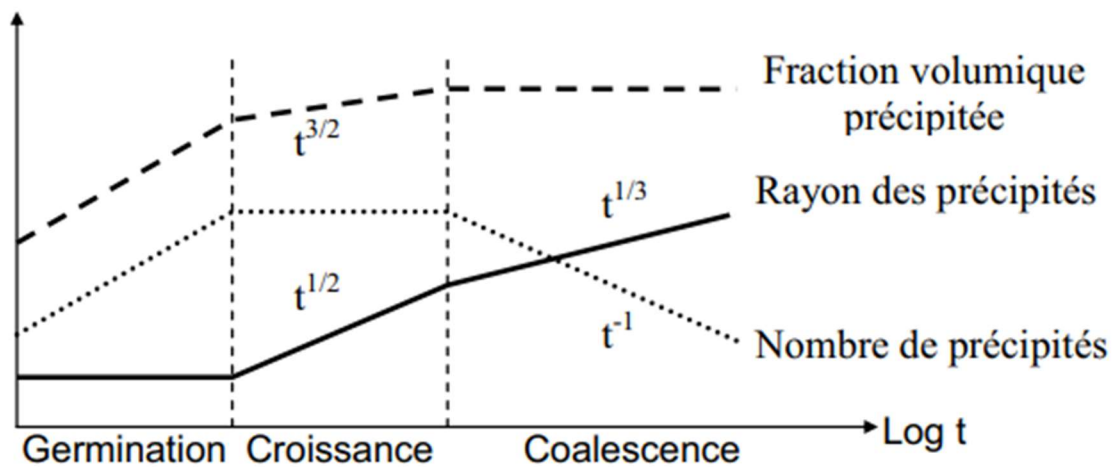


Figure 2.15: les étapes du processus de précipitation

Ce découpage est cependant surtout conceptuel, et dans la réalité, ces trois phases peuvent coexister, les transitions d'un régime à l'autre étant progressives.

6.1. La diffusion en volume

La précipitation est un processus qui nécessitant le transport d'atomes dans un solide. Deux modèles couramment utilisés décrivent ce mouvement atomique dans un cristal : la diffusion interstitielle où un atome passe d'un site interstitiel à un autre, et la diffusion lacunaire où un atome migre d'un site cristallin occupé à une lacune.

Le coefficient de diffusion d'une espèce B dans une matrice A dépend de l'énergie d'activation Q nécessaire pour qu'elle diffuse d'un site à un autre, et elle est décrite par la loi d'Arrhenius :

$$D_B = D_0 e^{\left(-\frac{Q}{RT}\right)} \quad (2.9)$$

Où R la constante des gaz parfait, T la température et D_0 le coefficient de diffusion à une température infiniment élevée dans le cas de la diffusion interstitielle. Dans le cas de la diffusion lacunaire, D_0 dépend de la concentration de lacunes. Selon Zener [49] :

$$D_0 = a^2 \nu e^{\left(\frac{\lambda \theta Q}{RT_F}\right)} \quad (2.10)$$

Où a est le paramètre de réseau cristallin de la matrice, ν la fréquence de vibration du réseau, λ est un facteur dépendant de la structure et du mécanisme de diffusion (pour une diffusion lacunaire dans un F.C.C, $\lambda = 1$), θ une constante dépendant du métal, T_F la température de fusion de la matrice.

On ne considère ici que des atomes isolés, le mouvement de ces atomes est Brownien et les processus de diffusion sont aléatoires. Le flux d'atome B, J_B dans une matrice A est alors décrit par la première loi de Fick :

$$\vec{J}_B = -D_B \overrightarrow{\text{grad}} C_B \quad (2.11)$$

Où D_B est le coefficient de diffusion de B dans A, C_B est la concentration de B dans A et x une distance : $\frac{\delta C_B}{\delta x}$ étant donc un gradient de concentration.

Ce flux va alors évoluer au cours du temps, et c'est la deuxième loi de Fick qui permet de décrire la concentration au cours du temps [28] :

$$\frac{\delta C_B}{\delta x} = -\text{div} \vec{J}_B \quad (2.12)$$

6.2. Diffusion le long des défauts (linéaires ou planaires)

Dans le cas des joints de grains, des sous-joints de grains ou encore des dislocations, l'énergie d'activation nécessaire pour la diffusion est significativement plus basse que celle requise pour la diffusion en volume. Cela accélère le processus de diffusion. Les mécanismes précis ne sont

pas encore entièrement compris, mais de nombreuses études [50] montrent des valeurs de D_0 et de Q plus basses que celle prédites par Zener [49].

La sursaturation de la solution solide permet d'obtenir une force motrice élevée à la démixtion du système. En effet, ce système, selon la concentration des éléments et la température, va chercher à minimiser son énergie libre pour atteindre un état d'équilibre, et c'est cette variation d'énergie qui fait la force motrice de la germination [28].

6.3. Force motrice de précipitation

La sursaturation de la solution solide joue un rôle crucial en fournissant une forte force motrice pour la démixtion du système. En fonction de la concentration des éléments et de la température, le système tend à minimiser son énergie libre atteindre un état d'équilibre. Cette variation d'énergie libre constitue la force motrice de la germination.

Considérons un alliage binaire A-B, où A est l'élément principal et B est l'élément en faible concentration. La phase stable de la matrice (A) est α et celle de la phase à précipiter (B) est β . Si N est le nombre total d'atomes dans le système, et N_A et N_B sont respectivement les nombres d'atomes de A et B tels que $N = N_A + N_B$, alors la fraction atomique de B peut être définie par $C_0 = \frac{N_B}{N}$. Étant donné que la solution est sursaturée, C_0 est supérieure à la concentration d'équilibre de B dans la phase α à la température T , notée C_α . Le système cherche donc à minimiser son énergie libre.

La force motrice chimique de germination Δg_{ch} est la différence d'énergie libre entre l'état de sursaturation de la solution solide et l'état d'équilibre où les phases α et β coexistent. Elle dépend fortement de la sursaturation, représentant la limite de solubilité d'un élément dans un autre à une température donnée. En plus de cette force motrice chimique, il existe des effets élastiques qui tendent à augmenter l'énergie du système (ajout de ΔG_{els}).

Les atomes B diffusent thermiquement dans α créant des fluctuations de composition, ce qui peut conduire à la formation de germes de composition C_β . La stabilité de ces germes est alors une question cruciale. La formation d'un germe entraîne la création d'une interface α - β , et il est important de prendre en compte l'énergie de surface γ lors du calcul de la stabilité du germe formé. En supposant le germe sphérique, son énergie peut être exprimée en fonction de son rayon r par la somme d'un terme d'énergie volumique et d'un terme surfacique :

$$\Delta G(r) = (\Delta g_{ch} + \Delta g_{elast}) \frac{4}{3} \pi r^3 + \gamma 4 \pi r^2 \quad (2.13)$$

Il y a donc une compétition entre le contribution volumique, négative, qui tend à diminuer l'énergie du système, et la contribution surfacique, positive, qui s'oppose à la croissance du germe. Cette compétition conduit à l'existence d'un maximum (Figure 2.16) [51]. Le rayon

correspondant à ce maximum d'énergie est appelé le rayon critique de germination r^* , correspondant à une taille critique en nombre d'atomes n^* :

$$= \frac{-2\gamma}{(\Delta g_{ch} + \Delta g_{elast})} \quad (2.14)$$

$$n^* = \frac{32\pi}{3} \frac{1}{V_\beta} \left(\frac{-\gamma}{(\Delta g_{ch} + \Delta g_{elast})} \right)^3 \quad (2.15)$$

Avec V_β le volume atomique du germe. Le maximum d'énergie correspondant au rayon critique donne alors la barrière d'énergie libre ΔG^* à franchir pour créer un germe viable, elle s'exprime :

$$\Delta G^* = \frac{16\pi}{3} \frac{\gamma^3}{(\Delta g_{ch} + \Delta g_{elast})^2} \quad (2.16)$$

Lorsque la taille d'un germe dépasse la taille critique, il y a alors croissance de celui-ci de manière continue. Il convient cependant de faire attention, en effet d'après Zeldovich [52] l'agitation thermique produit une zone autour de r^* dans laquelle la barrière énergétique peut être franchie dans un sens ou dans l'autre, c'est-à-dire qu'un germe de taille supérieure au rayon critique pourrait quand même se redissoudre.

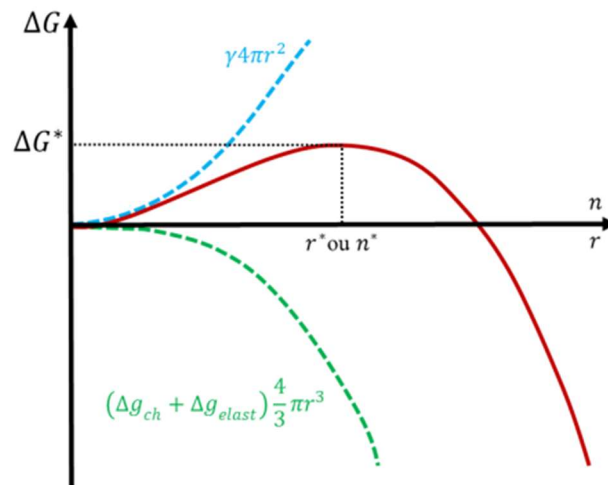


Figure 2.16: Représentation schématique de la variation de l'énergie libre associée à la formation d'un germe en fonction du rayon ou de son nombre d'atomes inspiré de Cahn et Haasen [53].

6.4. Croissance

Le mécanisme de croissance décrit le développement de germes stables, c'est-à-dire ont le rayon est supérieur au rayon critique introduit précédemment. A ce stade, les précipités β vont croître

grâce à la diffusion en volume des solutés B (due au gradient de concentration autour du précipité illustré dans la Figure (2.17), vers la concentration définie par l'équilibre local à l'interface α - β . La vitesse de croissance du précipité dépend également de la vitesse à laquelle les atomes B sont apportés à l'interface et de la vitesse à laquelle les atomes se réarrangent à l'interface. La vitesse de croissance sera contrôlée par le processus le plus lent, c'est-à-dire la diffusion des atomes en volume. En effet, il est généralement admis que les processus ayant lieu à l'interface sont rapides par rapport à la diffusion en volume. La concentration à l'interface en soluté C_i est alors contrôlée par l'effet Gibbs-Thomson et s'exprime en fonction du rayon r du précipité [53] :

$$C_i(r) = C_\alpha e^{\left(\frac{2\gamma V_\beta}{kTr}\right)} \quad (2.17)$$

Où k est la constante de Boltzman et T la température.

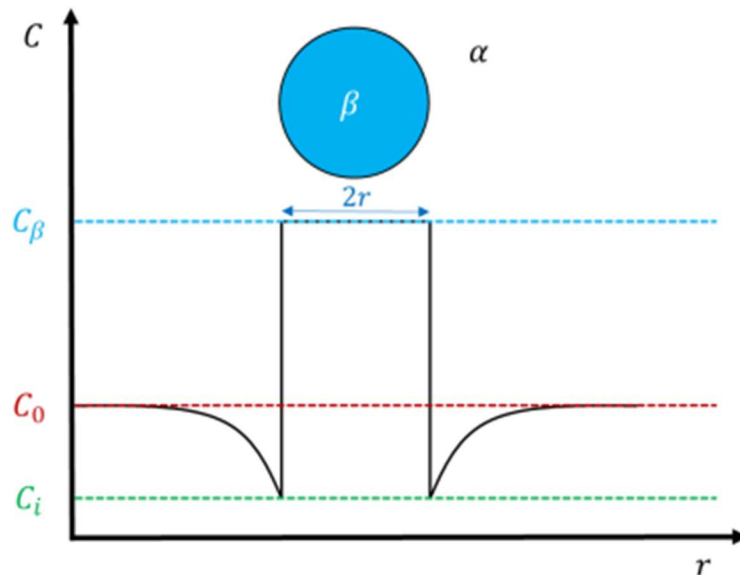


Figure 2.17 : Profil de concentration schématisé à travers un précipité dans le cas d'une croissance classique.

Si on admet les hypothèses suivantes : Les précipités croissent sans être influencés par leurs voisins, le coefficient de diffusion du soluté est indépendant de la concentration, la distribution en taille des précipités est monomodale et enfin, lors de la croissance, la concentration à l'interface C_i est égale à la concentration d'équilibre C_α , la courbure des précipités est donc négligée,

Alors, la vitesse de croissance des précipités sphériques peut s'écrire :

$$\frac{dR}{dt} = \frac{D (C_0 - C_i)}{R (C_\beta - C_i)} \quad \text{ou} \quad R(t) = 2 \left(\frac{C_0 - C_i}{C_\beta - C_i} D \right)^{\frac{1}{2}} + R_0 \quad (2.18)$$

Où D est le coefficient de diffusion du soluté dans la matrice.

Au bout d'un temps t , le système n'est presque plus sursaturé, la croissance par apport de solutés venant de la matrice devient très lente. Les précipités au sein du système ne sont pas tous de la même taille et n'ont donc pas toute la même énergie interfaciale et ne contribuent donc pas tous de la même façon à l'énergie libre du système. Ainsi, dans un souci de minimisation de l'énergie du système et en raison de l'effet Gibbs-Thomson, l'étape de coalescence va se déclencher. Dans ce régime, la croissance des précipités devient compétitive, les plus petits précipités vont se dissoudre au profit des plus gros qui vont continuer de croître.

La limite dissolution/croissance est décrite par un rayon critique R^* qui correspond à une vitesse de croissance nulle qui s'exprime en fonction de la concentration de la matrice C_0 :

$$R^* = \frac{2\gamma V_B}{kT} \frac{1}{\ln\left(\frac{C_0}{C_\alpha}\right)} \quad (2.19)$$

En deçà de ce rayon, le précipité va se dissoudre, laissant des atomes de soluté diffuser vers les précipités ayant un rayon supérieur au rayon critique, cela grâce au gradient de concentration dans la matrice autour des plus gros précipités (Fig 2.18). Cet échange d'atomes entraîne une croissance du rayon moyen et une diminution du nombre de précipités.

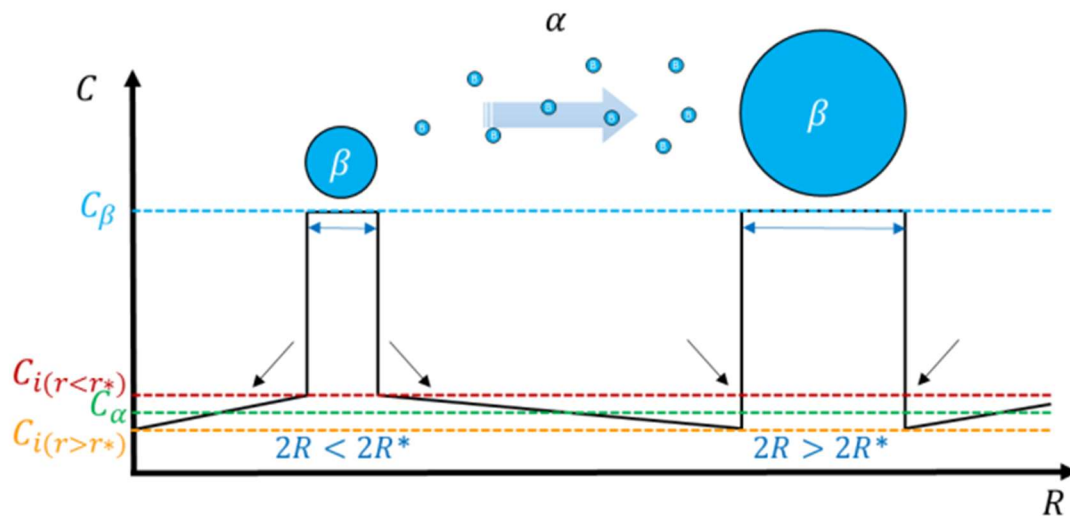


Figure 2.18 : Schéma du régime de coalescence induit par les gradients de concentration en fonction du rayon des précipités

Si l'on considère un alliage infiniment dilué et en phase de coalescence pure, l'évolution du rayon du précipité, lorsque $R > R^*$, peut être décrite par la relation de Lifshitz, Slyozov et Wagner :

$$R^3 - R_0^3 = \frac{8 D \gamma V_B}{9 k T} \frac{C_\alpha}{C_\beta - C_\alpha} t \quad (2.20)$$

Remarquons qu'en régime de coalescence, l'évolution du rayon moyen suit une loi en $t^{\frac{1}{3}}$, alors qu'en régime de croissance elle est en $t^{\frac{1}{2}}$.

Il est important de rappeler que pour décrire le processus de précipitation, les différents régimes doivent être traités de manière concomitante. En effet, les premiers germes à être formés ne vont pas tarder à croître pendant que d'autres vont continuer d'apparaître. De même, le passage entre la croissance et la coalescence ne peut être brutal. De plus, dans certains cas, il faut également prendre en compte le fait que la première phase à précipiter n'est pas forcément la phase d'équilibre. En effet, celle-ci se forme généralement à partir d'une phase métastable intermédiaire cohérente à la matrice qui s'est formée dans les premiers stades de la précipitation grâce sa faible énergie interfaciale qui permet d'abaisser la barrière de germination.

Dans ce cas, on assiste à une cascade de métastabilité, qui commence généralement par une phase métastable qui va progressivement évoluer vers des phases de plus en plus incohérentes avec la matrice. Cette cascade de métastabilité est importante dans le cas de la croissance et de la coalescence car il y a évolution de la composition des précipités au cours du temps [28].

7. Le durcissement des alliages aluminium pendant le vieillissement

Le durcissement est représentatif de l'accroissement des caractéristiques mécaniques de plasticité (limite d'élasticité, résistance à la traction...).

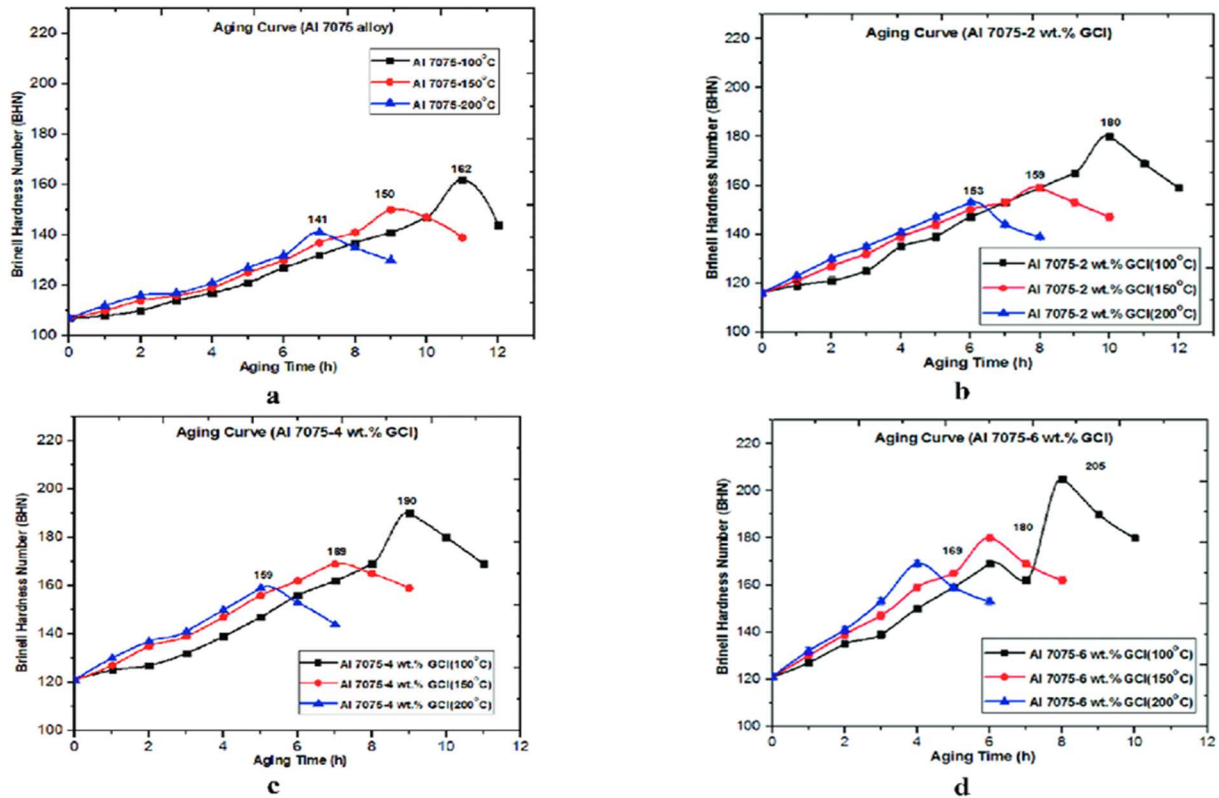


Figure 2.19 : courbes de vieillissement d'un alliage de la série 7000 à différentes températures [54]

Le durcissement par précipitation des alliages 7000 passe par plusieurs étapes :

- Lors de la formation des zones GP et de la phase métastable η' , on observe un fort durcissement du matériau, avec une augmentation significative de la limite d'élasticité et de la dureté.
- Le pic de dureté correspond à la précipitation optimale des phases métastables cohérentes avec la matrice, qui bloquent efficacement le mouvement des dislocations.
- Avec un revenu prolongé, les précipités grossissent par coalescence (phase stable η). Cela facilite leur contournement par les dislocations, provoquant un adoucissement du métal (survieilissement). La précipitation de la phase stable η aux joints de grains peut également fragiliser le matériau.

8. Les techniques d'étude du durcissement structural :

Les techniques expérimentales et analytiques suivantes sont utilisées pour étudier le phénomène de durcissement structural et les procédés connexes qui l'accompagnent. Les techniques mises en œuvre sont les suivantes.

1. **Les mesures de dureté** : les mesures de dureté fournissent des informations sur les changements de la résistance mécanique au cours du vieillissement.
2. **La calorimétrie différentielle à balayage (DSC)** : La DSC permet d'analyser les transformations thermiques et mesure les changements de chaleurs associés avec des transformations de phase. La DSC permet d'identifier les températures auxquelles se forment et se dissolvent les précipités et quantifier l'énergie, impliquée dans ces transformations.
3. **La microscopie électronique à balayage (MEB)** : Le MEB est utilisé pour étudier la surface des échantillons, il peut aussi être combiné à la micro-analyse par spectroscopie d'énergie secondaire comme EDS pour obtenir la composition chimique élémentaire des précipités.
4. **Microscopie électronique à transmission (TEM)**: Dans le MET, les alliages à haute résolution observent directement leur microstructure, les précipités visibles, la taille, la forme et la distribution des précipités et l'analyse des limites de la précipitation ainsi que la structure cristalline et l'orientation des précipités sont par rapport à la matrice.
5. **Diffraction des rayons X (DRX)** : La DRX peut être utilisée non seulement pour identifier les différentes phases et en particulier les précipités, mais aussi pour mesurer les contraintes internes dans les matériaux, qui jouent un rôle dans le durcissement.
6. **Techniques de simulation et modélisation** : la simulation et la modélisation sont utilisées pour comprendre et prédire le durcissement par précipitation.
7. **Modélisation atomique de la diffusion** des atomes soluté et l'effet de précipitation sont des exemples de modélisation atomique et relaxation de premier principe.

9. Effet de l'écrouissage sur le mécanisme de précipitation

9.1. Définition de l'écrouissage

Le processus de durcissement par déformation, également appelé écrouissage, est une méthode pour renforcer un métal en le déformant plastiquement. Ce phénomène se produit lorsque le métal est soumis à des contraintes mécaniques telles que le laminage, le tréfilage, le martelage ou l'étirage. La déformation plastique provoque une réorganisation des dislocations à l'intérieur de la structure cristalline du matériau, augmentant ainsi la densité de ces défauts et entraînant une augmentation de la résistance et de la dureté du métal. Ce renforcement résulte de l'augmentation des obstacles rencontrés par les dislocations lorsqu'elles tentent de se déplacer les unes par rapport aux autres, rendant ainsi toute déformation ultérieure plus ardue.

9.2. Effet de l'écroutissage sur la microstructure

L'écroutissage a un impact direct sur la taille des grains d'un métal. Lorsqu'un métal subit une déformation plastique, il y a une fragmentation des grains initiaux en grains plus petits, un phénomène connu sous le nom de raffinage des grains. Plus la déformation est intense, plus les grains deviennent fins. Cette réduction de la taille des grains augmente la surface des frontières de grains, ce qui contribue à l'augmentation de la résistance du matériau. Cela est décrit par la relation de Hall-Petch, qui stipule que la résistance à la déformation augmente inversement à la racine carrée de la taille moyenne des grains.

L'écroutissage et la densité de dislocation sont étroitement liés. Lorsque le métal est déformé plastiquement, les dislocations se multiplient et se déplacent à travers le réseau cristallin. À mesure que la déformation progresse, les dislocations s'entassent et interagissent entre elles, ce qui augmente la densité de dislocation. Une densité de dislocation plus élevée rend la déformation ultérieure plus difficile, car les dislocations supplémentaires créent des obstacles qui bloquent le mouvement des dislocations existantes. Par conséquent, la résistance mécanique du métal augmente avec l'augmentation de la densité de dislocation, ce qui est un signe caractéristique de l'écroutissage.

9.3. Effet de l'écroutissage sur le mécanisme de précipitation

La décomposition de la solution solide commence par la germination qui nécessite que les atomes en solution solide diffusent. La vitesse de diffusion est généralement accrue par l'augmentation de la température, cela explique que la précipitation dans les alliages soit généralement obtenue par traitement thermique.

Cependant la mobilité atomique est accentuée par les défauts : lacunes, dislocations, joints de grains, qui sont des courts-circuits de diffusion. Or la déformation plastique intense introduit une forte proportion de défauts dans les matériaux. En effet la déformation plastique augmente significativement la densité de lacunes. Elle engendre également une densité élevée de dislocations ainsi que leur mouvement, permettant de traîner/emporter les atomes en solution solide vers les joints de grains. Enfin, la température peut augmenter pendant la déformation et ainsi faciliter la diffusion.

Par ailleurs, les nombreux défauts cristallins permettent une diminution de la barrière de germination. Selon les interactions soluté-lacune, les mécanismes de germination, les énergies interfaciales et la température de déformation mis en jeu, la décomposition peut aller de la simple formation de zones-GP, aux clusters et même à la précipitation d'une phase stable [28].

L'introduction d'un nombre important de dislocations par déformation plastique avant la décomposition de la solution solide sursaturée, peut modifier de manière significative la séquence et la cinétique de précipitation ainsi que la nature des phases. De manière générale,

une pré-déformation accélère la cinétique de précipitation. Ceci est montré sur la figure (2.20) qui représente les courbes DSC d'un alliage soumis à une déformation plastique pour des taux de réduction compris entre 0.5 et 5%. L'accélération se traduit par un décalage de la courbe obtenu par DSC vers les faibles températures, sans aucun changement de la séquence et la nature des phases. La formation des phases métastables est accélérée à cause de la présence d'une certaine densité de dislocations introduites par la déformation et qui constituent des sites préférentiels pour la germination et la croissance de ces phases.

Pour des taux de réduction plus important, la séquence de précipitation se trouve modifiée. La formation de la phase β'' se trouve supprimée. Cette suppression peut être expliquée comme suit. Les dislocations attirent les atomes de soluté, d'une part, et constituent des puits pour les lacunes retenues après trempe, d'autres part, ce qui appauvrit la matrice et peut supprimer la formation des zones GP, précurseuses nécessaires à la formation de la phase β'' [55].

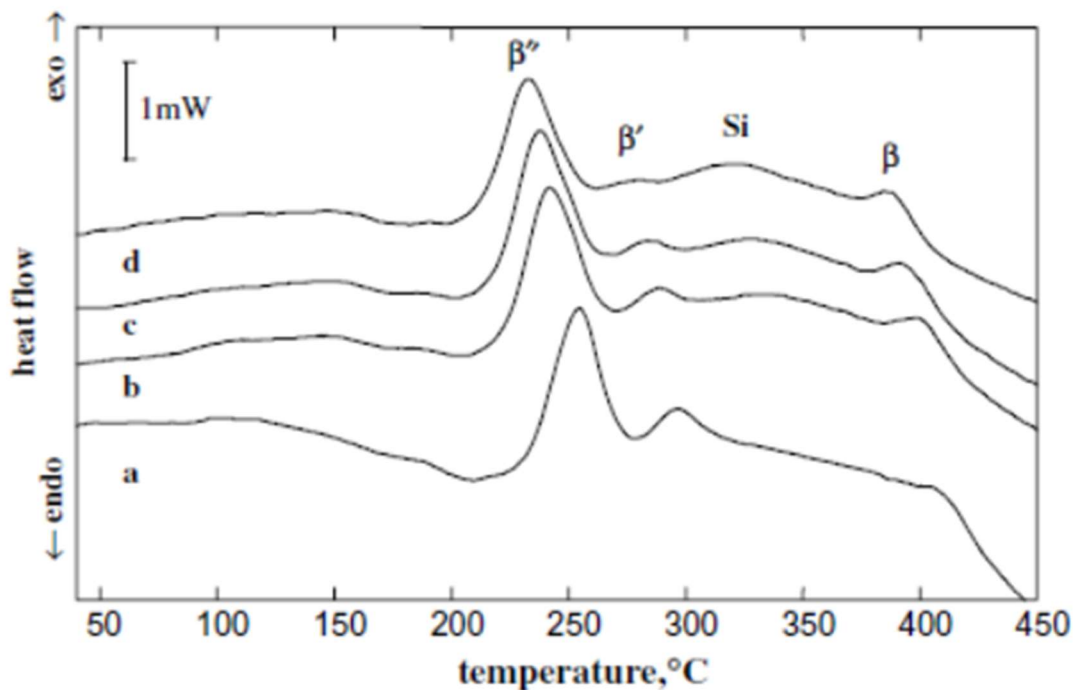


Figure 2.20 : Courbes DSC des échantillons 6016 naturellement vieilli pendant une semaine obtenues à une vitesse de chauffage de $10^{\circ}\text{C}/\text{mn}$: a) sans pré-déformation; b) 0,5% pré-déformation; c) 1,5% pré-déformation et d) 5% pré-déformation[55].

Conclusion

L'étude du durcissement structural des alliages Al 7000 est essentielle pour comprendre et optimiser leurs propriétés mécaniques. Ces alliages, contenant principalement du zinc et du magnésium, bénéficient d'une combinaison unique de durcissement par précipitation et d'écrouissage, rendant leur analyse d'autant plus cruciale. L'écrouissage joue un rôle déterminant en augmentant la densité de dislocation, ce qui favorise le mécanisme de précipitation en fournissant des sites de nucléation supplémentaires pour les précipités durcissants. Ces précipités, telles que la phase η ($MgZn_2$), interagissent avec les dislocations pour renforcer davantage le matériau par blocage des dislocations.

Comprendre l'impact de l'écrouissage sur la taille des grains et la dureté des alliages Al 7000 est crucial pour développer des matériaux à haute performance. Le raffinage des grains et l'augmentation de la densité de dislocation améliorent non seulement la résistance mais stabilisent aussi les précipités, augmentant ainsi la dureté globale du matériau. Les alliages Al 7000 traités par écrouissage montrent une performance mécanique supérieure, combinant résistance et dureté accrues, ce qui est essentiel pour les applications dans l'aéronautique et l'industrie automobile.

CHAPITRE 3

MATERIAU ETUDIE ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

1. Introduction

Le but de ce chapitre est de présenter les méthodes expérimentales utilisées lors du traitement thermomécanique des alliages, y compris le laminage et le traitement thermique. Nous décrirons également des techniques de caractérisation telles que les tests de microdureté, les tests de dureté et l'analyse microstructurale qui fournissent des informations complémentaires aux résultats obtenus par les méthodes précédentes.

2. Alliage étudié :

Le matériau utilisé pour notre étude est un alliage d'aluminium 7075 T6, couramment utilisé dans l'industrie aéronautique, notamment dans la fabrication de structures d'ailes et de fuselages d'avions en raison de sa haute résistance mécanique et de sa légèreté.

Ce matériau a été obtenu sous forme de tôles brutes 200 x 200 x 4 mm par les services techniques d'Air Algérie, la figure (1) représente des plaques brutes d'aluminium 7075 T6 (traitement thermique au pic de durcissement : Mise en solution +Revenu).



Figure 3.1 : Tôles d'Aluminium 7075 de dimensions 200 x 200 x 4 mm

3. Caractéristiques du matériau

Cet alliage appartient à la famille 7000 des alliages d'aluminium, dont les principaux éléments d'aditions sont le zinc, le magnésium et le cuivre. Sa dénomination complète est :

- En norme européenne EN AW-7075 T6 (Mise en solution + revenu)
- En AFNOR : A-Z5GU
- En ASTM : 7075

La composition chimique et les caractéristiques mécaniques de l'alliage sont présentées dans les tableaux (3) et (4) suivants :

Tableau 3.1: Composition chimique de l'alliage.

Elément	Composition chimique (%)									
	Zn	Mg	Cu	Fe	Cr	Si	Mn	Ti	Ni	Al
Taux (%)	5,78	2,46	1,57	0,13	0,2	0,06	0,01	0,033	<0,01	Reste

Tableau 3.2:Caractéristiques mécaniques de l'alliage.

Caractéristique mécaniques	Re _{0.2%} (N/mm ²)	Rm N/mm ²)	A (%)	Dureté Hv
Valeur	534	468	12,5	165

4. Préparation des échantillons

4.1. Découpage de la tôle

Nous avons découpé une tôle de dimension 200x200x4 mm en 20 échantillons de forme parallélépipédique de dimension 200x10x4 mm. Cette opération a été réalisée au sein de l'atelier « matériaux et structures » d'Air Algérie à l'aide d'une guillotine. Le découpage à froid est essentiel pour les alliages d'aluminium, comme l'alliage 7075, afin d'éviter toute modification microstructurale pour une analyse précise et fiable.



Figure 3.2 : Cisaille guillotine hydraulique (DRMA Air Algérie, atelier structure)

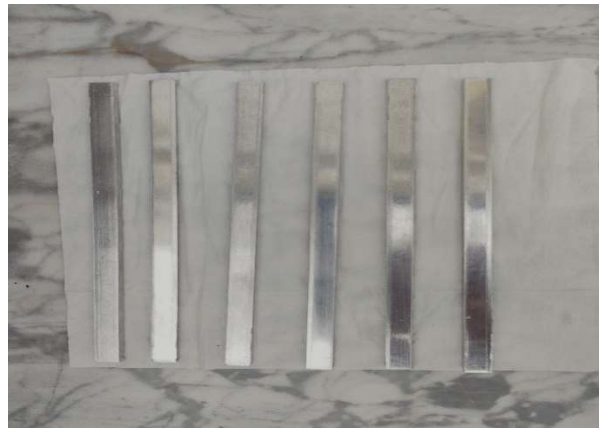


Figure 3.3: Des tôles de dimension 200x10x4 mm

5. Traitement thermique

5.1.1. Le recuit

Après le découpage, nous avons appliqué un traitement de recuit à une température de 415°C pendant 3 heures, suivi d'un refroidissement à l'air. Ce traitement de recuit a pour objectif de supprimer toute l'historique thermique et mécanique de l'alliage, permettant ainsi de rétablir une structure homogène et stable. Le recuit à 415°C est choisi en se basant sur le diagramme d'équilibre de l'alliage 7075, qui indique que cette température est suffisamment élevée pour permettre la dissolution des précipités et la recristallisation du matériau, sans pour autant atteindre les températures de fusion ou provoquer une surchauffe. Ce processus permet de réinitialiser la microstructure de l'alliage en éliminant les contraintes résiduelles et les déséquilibres.

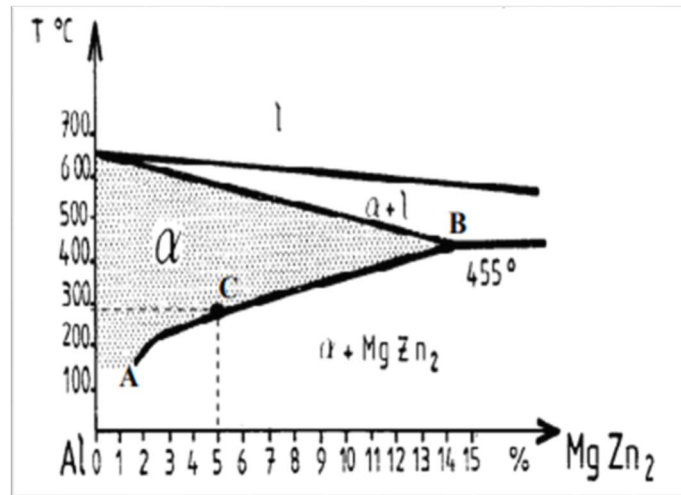


Figure 3.4 : Diagramme d'équilibre de l'alliage d'aluminium 7075

5.1.2. La mise en solution

Ce traitement a été effectué à une température de 480°C pendant 30 minutes. À cette température élevée, les éléments d'alliage tels que le zinc, le magnésium et le cuivre se dissolvent dans la matrice d'aluminium pour former une solution solide uniforme.

La durée de mise en solution doit être suffisante pour mettre en solution solide la plus grande quantité possible des précipités et des composés. Le choix de la durée de la mise en solution, dépend essentiellement de la nature et de l'épaisseur de l'échantillon. Comme nos échantillons sont de faible taille, nous avons choisi une durée de mise en solution de 30 min à 480°C.

Le four utilisé au niveau du laboratoire de métallurgie de l'école national polytechnique de type « Nabertherm-230V-1200°C » (Figure 3.5).



Figure 3.5:Four à résistance électrique Nabertherm (ENP, laboratoire de métallurgie).

5.1.3. La trempe

Après la mise en solution, l'alliage doit être refroidi assez énergiquement pour que la solution reste sursaturée à la température ambiante. Pour les Al-Zn-Mg-Cu la vitesse de trempe doit être grande, donc on a choisi l'eau comme milieu de trempe. Le temps de transition entre la mise en solution et la trempe doit être inférieur à une durée variant de 5 à 15 s dans le cas de tôles dont l'épaisseur varie de 0,4 à 2,3 mm [56]. La trempe a été faite dans un bain d'eau. Le traitement de mise en solution effectué pour notre étude est schématisé dans la figure 3.6.

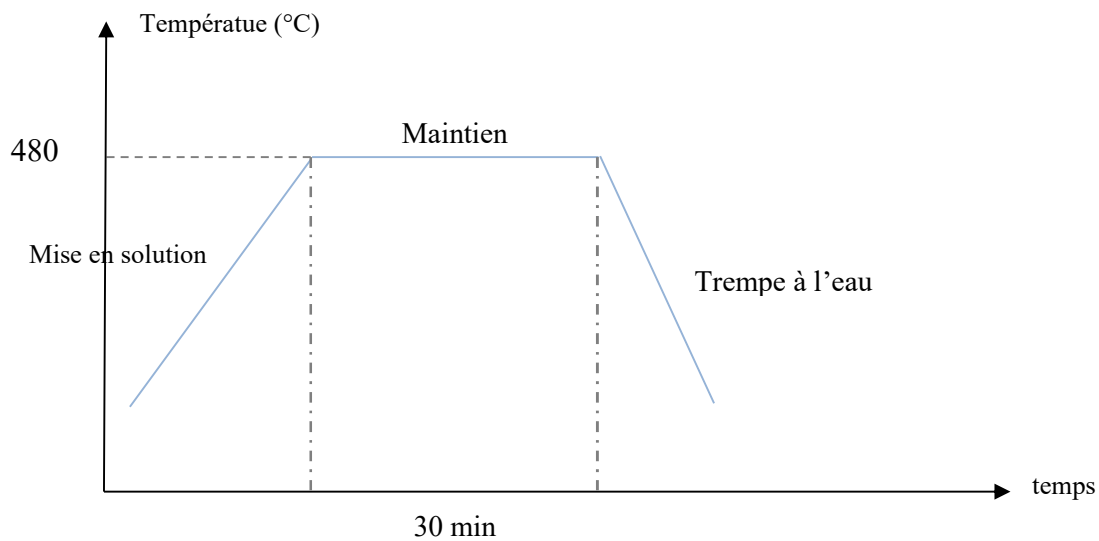


Figure 3.6 : Schématique de traitement de mise en solution.

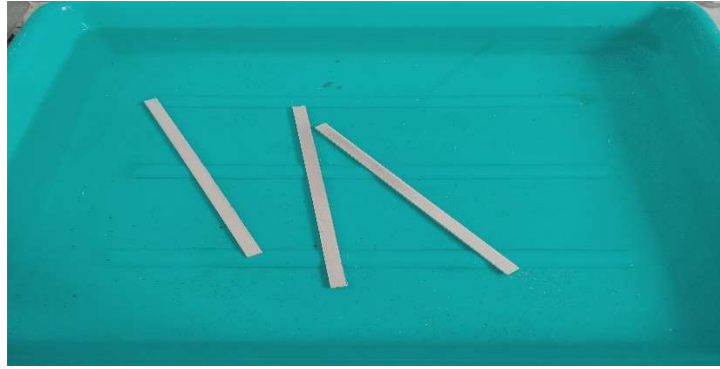


Figure 3.7: Trempe à l'eau

5.1.4. Le revenu

Nous avons réalisé un deuxième découpage au sein d'Air Algérie par la guillotine en petits échantillons de dimensions 1x1 cm. Les épaisseurs de ces échantillons varient en fonction du taux de laminage.

Pour l'étude du vieillissement thermique, nous avons effectué des traitements de revenu à des températures de 120°C et 150°C. Les traitements de revenu ont été réalisés dans le four Nabertherm (figure 3.5).

La durée de revenu a été déterminée à partir du diagramme TTT de l'alliage 7075. Le diagramme TTT (Temps-Température-Transformation) est essentiel pour comprendre les transformations de phases à des températures spécifiques de 120°C et 150°C. Il indique les différentes phases métastables (GP, T', η' , η , etc.) et leurs domaines d'existence durant divers traitements thermiques (figure 3.8).

À la température de 120°C, la durée de revenu a été fixée de 1 heure jusqu'à 16 heures.

À la température de 150°C, la durée de revenu a été fixée de 30 minutes jusqu'à 16 heures.

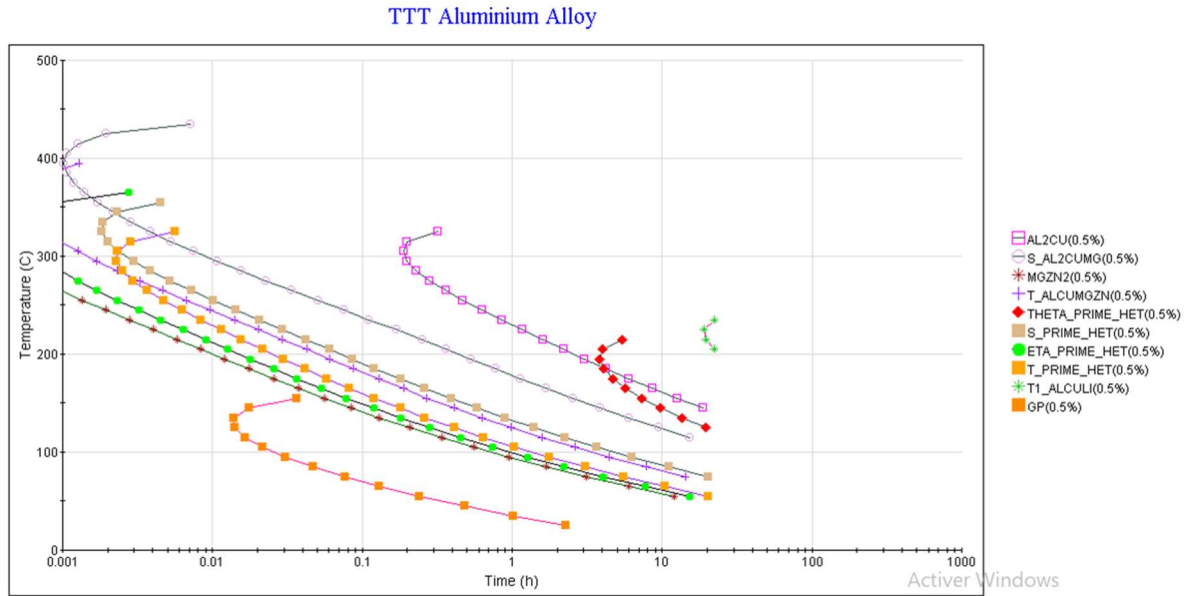


Figure 3.8: Diagramme TTT de l'alliage Aluminium 7075 (JmatPro)

5.1.5. Le laminage à froid

Le laminage consiste à déformer plastiquement le matériau en le faisant passer entre deux cylindres dont l'écartement est inférieur à l'épaisseur initiale de l'échantillon. la réduction d'épaisseur est obtenue par des passes successives avec un écartement entre les cylindres qui diminue progressivement.

Chaque passe de laminage est contrôlée pour garantir une déformation uniforme et maintenir l'intégrité microstructurale de l'alliage. Ce processus permet d'atteindre les dimensions et les caractéristiques mécaniques souhaitées pour les analyses ultérieures [55].

Le principale paramètre de laminage est le taux de déformation (le taux de réduction selon la hauteur), il est donné par la relation suivante :

$$\epsilon_h = \frac{h_0 - h}{h_0} \quad (3.1)$$

Après la trempe, nous avons réalisé un laminage à froid en plusieurs passes sur 5 échantillons afin d'atteindre les épaisseurs et les taux de réduction spécifiés dans le tableau 3.3.

Dans cette étude, la déformation du matériau a été effectuée en utilisant un laminoir de type Vicenza Italia, équipé de deux cylindres de 86 mm de diamètre. La vitesse de rotation des cylindres est de 17 tours/mn, et la réduction s'effectue par passes successives en démarrant d'une épaisseur initiale de 4 mm. Avant la déformation, l'alliage a subi un traitement de mise en solution à 480°C pendant 30 minutes suivi d'une trempe à l'eau. Après la déformation par laminage, les échantillons, en prévision des traitements thermiques ultérieurs, sont gardés au réfrigérateur pour éviter la maturation à l'ambiante.

Tableau 3.3:épaisseurs et taux de déformation après laminage

Echantillon	E0	E1	E2	E3	E4	E5
Epaisseur (mm)	4	3,494	3,15	2,706	2,242	2,219
Taux de déformation (%)	0	12,65	21,25	32,39	43,96	55,47



Figure 3.9:Laminoir (ENP, Laboratoire)

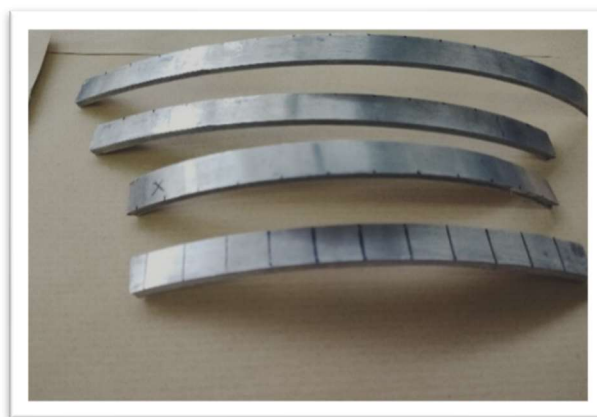


Figure 3.10:Tôles laminées à froid

6. Caractérisation des échantillons :

6.1. Préparation métallographique des échantillons :

6.1.1. Enrobage

L'enrobage se fait pour faciliter le polissage et l'observation par la microscopie. Il consiste à mettre les échantillons dans des petits moules puis de remplir ces moules par une résine polymère qui après solidification piège l'échantillon. Nous avons utilisé l'enrobage à froid pour éviter toutes transformations et changements structuraux.

6.1.2. Polissages

L'observation microscopique nécessite une surface plane et bien polie de l'échantillon observé, pour notre travail nous avons utilisé le polissage mécanique, avec l'utilisation de l'eau comme lubrifiant, pour éviter le chauffage de la surface pour permettre aussi d'éliminer les débris causés par l'abrasion. Il y a deux types de polissage :

- **Un polissage grossier** : est considéré comme l'étape critique du processus de préparation d'un échantillon métallographique. Les papiers abrasifs de granulométries croissantes (400, 800, et 1200), sont utilisés, le polissage grossier s'effectue à l'aide une polisseuse comme montré dans la figure (3.11). L'échantillon est rincé à l'eau à chaque changement de papier pour éviter que des particules de grand diamètre n'affectent le stade de polissage à plus faible taille de grain. A chaque fois que la granulométrie est changée, il faut effectuer une rotation de 90° pour éliminer les stries.
- **Polissage de finition** : nous avons utilisé un papier feutre, avec une pâte diamantée de granulométrie 3 µm, cette opération peut durer plus de 5 min pour obtenir une surface miroir sans stries. Le procédé est effectué dans une polisseuse de finition.



Figure 3.11 : polisseuse métallographique (Minitech-263)

6.1.3. Nettoyage ultrasonique

Cette étape pour nettoyer nos échantillons de tous les grains ou des déchets résiduels, pendant les étapes de polissage. L'opération est effectuée dans une nettoyeuse ultrasonique de type BANDELIN SONOREX (figure 3.12).



Figure 3.12: Nettoyeuse ultrasonique de type BANDELIN SONOREX

6.1.4. Attaque chimique

Après le rinçage et le séchage on passe à l'attaque chimique, le réactif utilisé pour l'observation microscopique de nos échantillons, est le réactif de Keller :

- acide nitrique (HNO ₃).....	2, 5 mL.
- acide chlorhydrique (HCl).....	1,5 mL.
- acide fluorhydrique (HF) dilué à 40.....	1 mL.
- eau (H ₂ O).....	95 mL.

Conditions d'attaque jusqu'à 45s à la température ordinaire. Pour la préparation de la solution d'attaque, l'utilisation des acides très concentrés est très dangereuse, il faut utiliser des moyens de protections, dans une espace aérée.

6.2. Observation et caractérisation de la microstructure

La caractérisation de la microstructure par la diversité de ses composants en termes de taille et de nature a été obtenu par microscopie optique (OM) (NIKON ECLIPSE LV100ND) et microscopie électronique à balayage (MEB) (Marque : Zeiss, Model : GEMINI SEM 300). Ce qui permettent de décrire les caractéristiques de la structure granulaire et des intermétalliques.

Le MEB du laboratoire est équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie des rayons X (EDS) permettant de déterminer la composition des pièces.

6.2.1. Microscope optique

La microscopie optique permet de visualiser des objets ou des détails invisibles pour nos yeux, dont la résolution est trop faible.

Principe du microscope optique :

Le microscope optique utilise la lumière. Il est doté de deux lentilles :

- L'objectif, pour agrandir l'objet que l'on souhaite observer (il existe plusieurs grossissements) ;
- L'oculaire pour que les rayons arrivent à l'œil de manière parallèle, ce qui permet à l'œil de se reposer.

Des instruments supplémentaires permettent de régler la quantité de lumière (le diaphragme) ou la mise au point (molettes liées à un système de crémaillère) pour affiner l'observation de l'échantillon placé sur la platine porte-échantillon.

La résolution des microscopes optiques ne peut être supérieure à 0,2 micromètre, cette résolution étant limitée par la diffraction de la lumière. Des techniques permettent de

s'approcher de cette limite : l'utilisation d'un objectif à immersion (dans l'huile), ou en diminuant la longueur d'onde de la lumière (toutefois limitée au visible).



Figure 3.13:Microscope optique (OM) (NIKON ECLIPSE LV100ND) de CRTI

6.2.2. Microscopie Électronique à Balayage

Le microscope électronique à balayage est une technique de microscopie électronique qui est basée sur un balayage de l'échantillon par un faisceau d'électrons est capable de produire des images de la surface d'un échantillon.

Principe de la microscopie électronique à balayage :

Dans un Microscope Électronique à Balayage, un faisceau électronique balaye la surface d'un échantillon. L'interaction électron-matière génère alors plusieurs types d'émissions, comme le montre le schéma simplifié ci-contre. Les électrons secondaires permettent d'imager la surface de l'échantillon, avec un contraste topographique. Les électrons rétrodiffusés donnent une image avec un contraste chimique sur une surface plane. Les photons X rendent possible l'analyse chimique en Spectroscopie à Dispersion d'Énergie (EDS).



Figure 3.14:Microscope électronique à balayage de CRTI, marque : Zeiss, model : GEMINI SEM 300

6.2.3. La spectrométrie EDX :

Energy Dispersive X-ray, couplée au MEB, permet la détermination de la composition chimique de la surface examinée (éléments minéraux/métalliques ou organiques). Elle consiste à analyser les rayons X générés par un échantillon placé sous le faisceau d'électrons du microscope électronique à balayage (MEB). Le rayonnement émis, lors de l'interaction entre les rayons X et la matière de l'échantillon, est retranscrit sous forme de spectres où apparaissent des pics d'intensité variable, caractéristiques des éléments métalliques, minéraux ou organiques en présence. L'EDX permet l'analyse chimique semi-quantitative des zones d'intérêt.

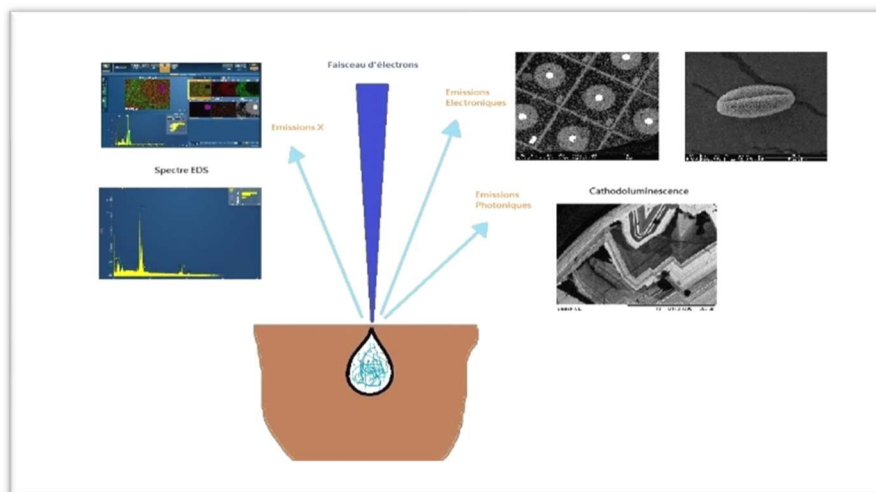


Figure 3.15 : Schéma de L'EDS

6.3. Diffraction des rayons X (DRX) :

La diffraction des rayons X est l'une des méthodes les plus puissantes utilisées pour la caractérisation des matériaux. Elle permet, en particulier, l'identification des phases présentes dans le matériau ainsi que l'étude de la formation des différentes textures lors d'une déformation plastique ou un traitement thermique de recristallisation. L'identification est rendue possible par l'obtention d'un diagramme de diffraction des rayons X

Un diagramme de diffraction des rayons X est caractéristique d'un matériau ou d'un composé donné. La position angulaire θ des raies de diffraction obéit à la relation de Bragg:

$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda \quad (3.2)$$

Où λ est la longueur d'onde du rayonnement incident, d_{hkl} représente la distance interréticulaire des plans d'indices hkl .

De la mesure des angles on en déduit ainsi les distances inter-réticulaires d_{hkl} qui permettent alors de déterminer qualitativement les phases en présence par comparaison des distances inter-réticulaires calculées avec celles stockées dans des bases de données (fichiers ASTM par exemple) si le composé est déjà connu et répertorié.

Le diffractomètre utilisé est de marque : BRUCKER, Model : D8 DISCOVE, Les spectres de diffractions des rayons X ont été enregistrés avec les conditions suivantes : une anticathode de cobalt : $\text{Co} (\lambda) = 1,7889 \text{ \AA}$, $I = 20 \text{ mA}$ et $V = 40 \text{ KV}$, le balayage a été fait pas par pas, entre 20° et 100° .

6.4. La Dureté

La dureté d'un matériau est sa capacité à résister à la déformation par la pénétration d'un objet dur. Mesurée à l'aide de duromètres, cette propriété est cruciale en production pour évaluer la qualité des produits finis et prédire des caractéristiques comme la résistance à la traction et la résistance à l'usure. La dureté, exprimée numériquement selon des normes spécifiques, est évaluée par des méthodes telles que Brinell, Vickers et Rockwell. Choisir la bonne méthode est essentiel pour obtenir des résultats précis : la charge doit être adaptée pour que l'empreinte soit superficielle, sous peine de devoir polir minutieusement la surface mesurée si la charge est trop faible.

L'essai de dureté est défini par 3 critères, des lettres et des chiffres. La valeur de dureté est toujours placée avant les critères de l'essai.

1er critère :

H = Hardness (dureté en anglais)

2nd critère : Une seconde lettre indiquant le type d'essai de dureté

- H R (Rockwell)
- H B (Brinell)
- H V (Vickers H S (Shore))
- H L (Leeb)
- H K (knoop)

3ème critère : 1 lettre ou un nombre, définit par les normes ISO 6506-Brinell, 6507-Vickers, 6508-Rockwell



Figure 3.16:Duromètre NEMESIS 9000 DE CRTI

6.5. La microdureté Vickers (Hv)

La dureté est définie comme étant la résistance qu'un corps oppose à la pénétration par un autre corps plus dur. Pour fixer les conditions de cette pénétration, il est possible par des essais préalables, de déterminer la nature et la forme des pénétrateurs à utiliser. La méthode Vickers a été retenue pour cette étude. Le pénétrateur est constitué d'une pointe pyramidale en diamant à base carrée et d'angle au sommet entre faces égale à 136° . La dureté Vickers est alors définie par le rapport :

$$H_v = \frac{m}{S} \quad (3.3)$$

Avec :

m : la charge appliquée (en Kg) par le pénétrateur

S : la surface latérale (en mm^2) de l'empreinte pyramidale, définie par :

$$S = \frac{1}{2} \times \frac{d^2}{\sin \frac{136}{2}} \quad (3.4)$$

Des deux relations (II.1) et (II.2) on obtient l'expression habituellement utilisée pour le calcul de la microdureté Vickers :

$$H_V = 1,8544 \times \frac{m}{d^2} \quad (3.5)$$

Le microduromètre utilisé comporte une colonne de microscope optique en réflexion, qui permet de viser la zone souhaitée sur un échantillon poli, le pénétrateur Vickers est ensuite placé dans l'axe optique pour effectuer l'essai, puis le microscope permet de mesurer les deux diagonales d1 et d2 du carré d'empreinte. On obtient la valeur de la grandeur d de la relation précédente en effectuant la moyenne arithmétique de d1 et d2.

Les mesures de microdureté ont été effectuées grâce à un microduromètre manuel de type INNOVATEST 400D, à pénétration Vickers, avec une charge de 250 mN. Chaque valeur représente la moyenne de 5 mesures prises en différents endroits de la surface de l'échantillon

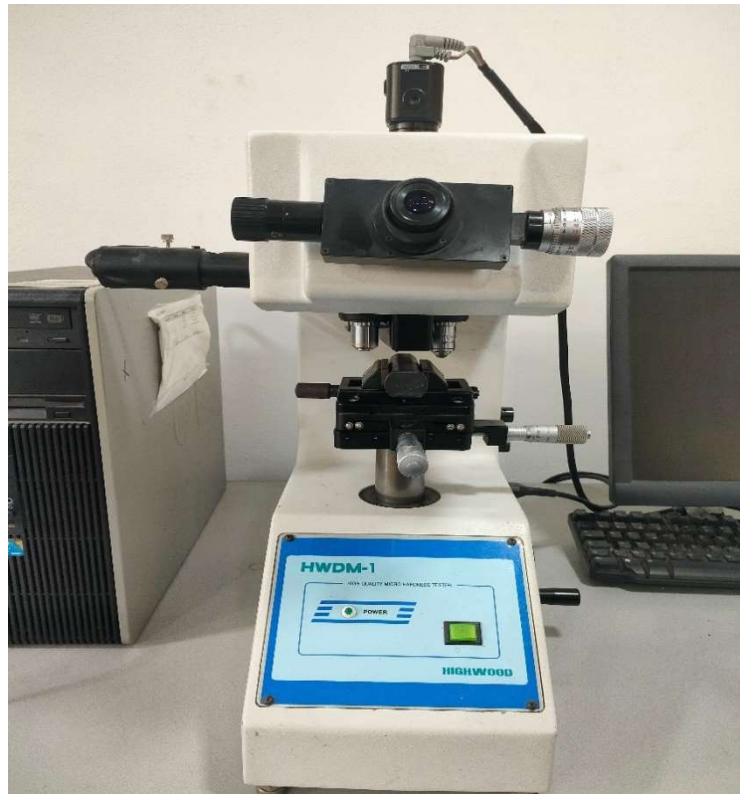


Figure 3.17 : Microduromètre

7. Analyse et traitement des données :

Pour le traitement des images, l'analyse des données et la mise en forme des graphiques nous avons utilisé les logiciels suivants :

7.1. Image J

Image J est un des meilleurs logiciels Open Source pour le traitement et l'analyse d'images, développé par le NIH et implémenté par la communauté des scientifiques. Il fonctionne sous de multiples plates-formes (Windows, Mac, Linux, Unix,). Il peut :

- Afficher, éditer, traiter et analyser la plupart des formats de fichier existants
- Proposer un grand nombre d'algorithmes pour l'analyse de l'image

De nombreuses opérations de traitement d'images sont réalisables avec Image J. Parmi

Les quelles : La visualisation, analyse, et traitement d'images 8/16/32 bit.

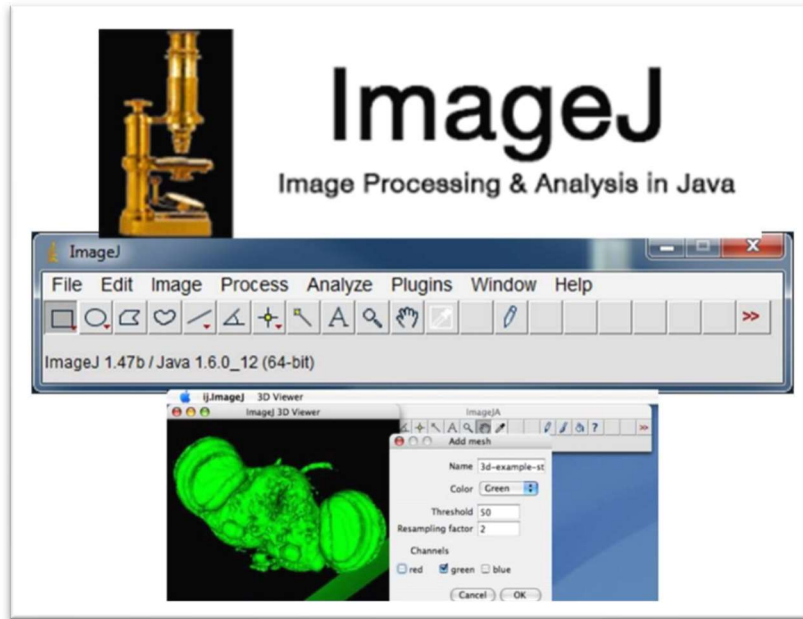


Figure 3.18: Logiciel de traitement d'image "image J"

7.2. Origin pro, le logiciel d'analyse et de visualisation de données expérimentales

Origin est un outil complet d'analyse de données et de mise en forme graphique fournissant tout un éventail de fonctionnalités (analyse de pics, ajustement de courbes, statistiques...) permettant de satisfaire aux exigences de qualité et aux besoins spécifiques de la communauté scientifique (chercheurs, ingénieurs, techniciens...).

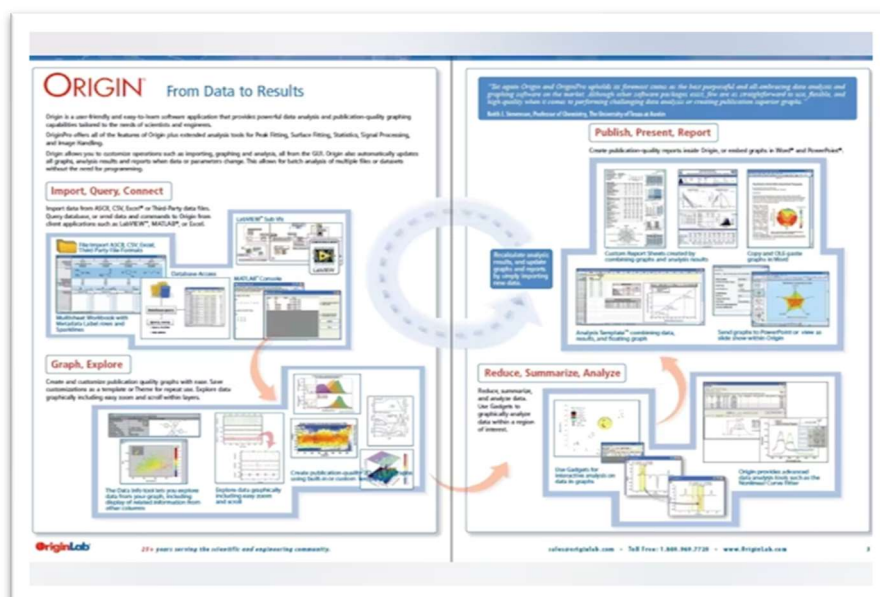


Figure 3.19: Logiciel d'analyse des données et mise en forme des graphiques

CHAPITRE 4

EFFET DU VIEILLISSEMENT SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES MECANIQUES DE L'ALLIAGE 7075

Introduction

Dans ce chapitre, nous nous concentrons sur l'étude de l'effet du vieillissement thermique, sans application préalable de déformation, sur l'alliage d'aluminium 7075. En particulier, nous analysons comment évolueront pendant le revenu aux températures de 120°C et 150°C la microstructure et les propriétés mécaniques de cet alliage. L'objectif est de comprendre les mécanismes de précipitation et les transformations structurales qui se produisent sous l'effet de ces conditions thermiques, et d'identifier les modifications apportées aux caractéristiques mécaniques en fonction des différentes températures de vieillissement.

1. L'état de solution solide

1.1. Observations par microscopie optique :

La figure (4.1) représente la microstructure de l'échantillon E0 de l'alliage Al7075, ayant subi uniquement une mise en solution et une trempe à l'eau. Nous observons sur cette dernière des grains grossiers et peu allongés de la phase α sursaturée en élément de soluté, la longueur et la largeur moyennes des grains respectivement était de 142 et 507,5 μm . On constate également l'existence de petit grains recristallisés (entourés par des petits cercles rouges) qui n'ont pas subi de croissance.

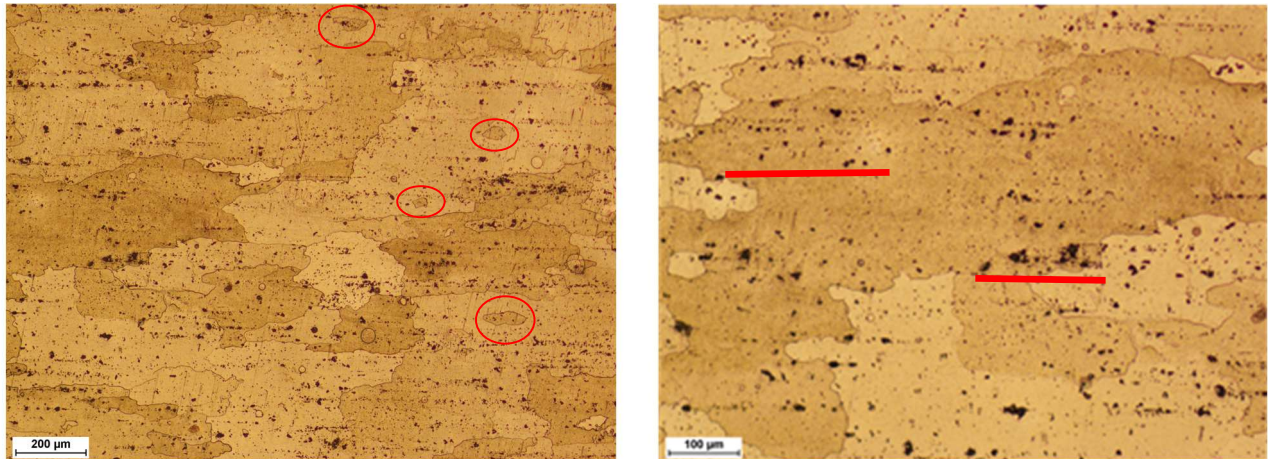


Figure 4.1: Microstructures optiques en coupe longitudinale de l'échantillon E0 d'Al 7075 à l'état de solution

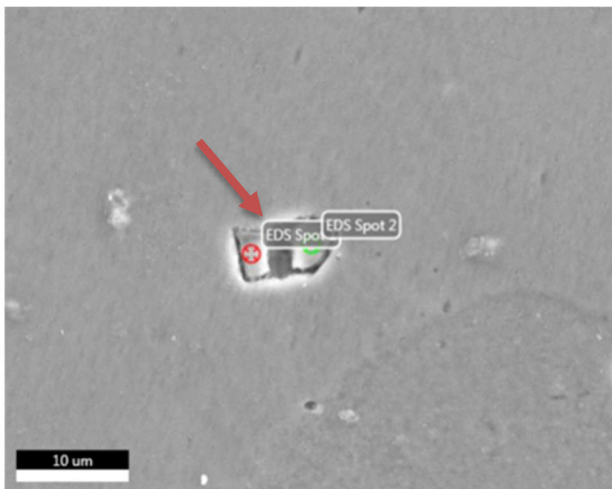
De nombreuses taches noires (soulignées par la ligne rouge courte) peuvent être observées, On constate que ces taches sont distribuées de façon homogène dans la matrice et répartis en bandes allongées suivant la direction d'allongement des grains.

1.2. Caractérisation par microscopie électronique à balayage

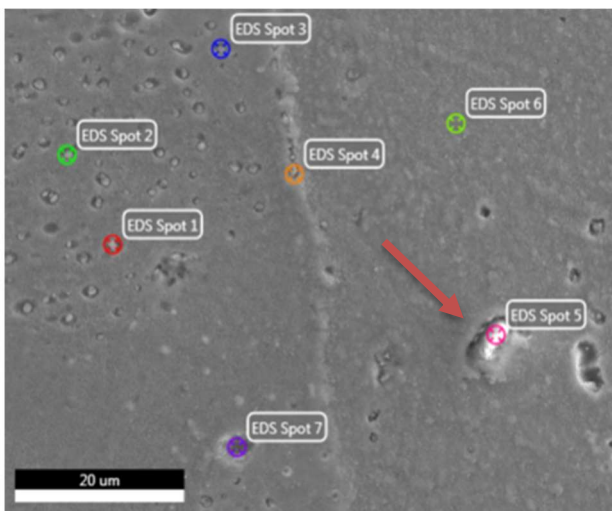
La figure (4.2) représente l'analyse EDS par microscopie électronique à balayage des taches noires afin de connaître leur nature, on constate que les grandes taches d'environ 5µm de taille sont des intermétalliques de deux natures différentes :

- La première est riche en fer et cuivre avec une composition chimique de 45,1%Al, 16,18%Fe et 33,29%Cu. On peut l'identifier comme étant du Al_7Cu_2Fe
- La seconde est riche en silicium avec une composition chimique de 78,08%Si et 17,63Al.

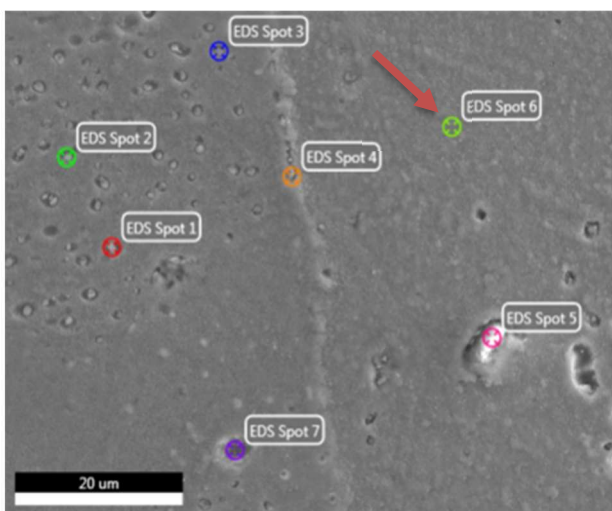
Les petites taches de 0,5 à 1µm de taille, ont une composition chimique proche à celle de la matrice ; ce sont donc des porosités.



Element	Weight %	Atomic %	Error %
MgK	1.52	2.38	9.12
AlK	45.10	63.68	5.94
SiK	0.83	1.13	10.18
MnK	0.19	0.13	58.32
FeK	16.18	11.04	4.09
CuK	33.29	19.96	4.31
ZnK	2.88	1.68	23.03



Element	Weight %	Atomic %	Error %
MgK	1.09	1.27	6.76
AlK	17.63	18.52	2.74
SiK	78.07	78.77	3.28
MnK	0.15	0.08	60.50
FeK	0.29	0.14	59.21
CuK	1.67	0.75	39.57
ZnK	1.09	0.47	58.97



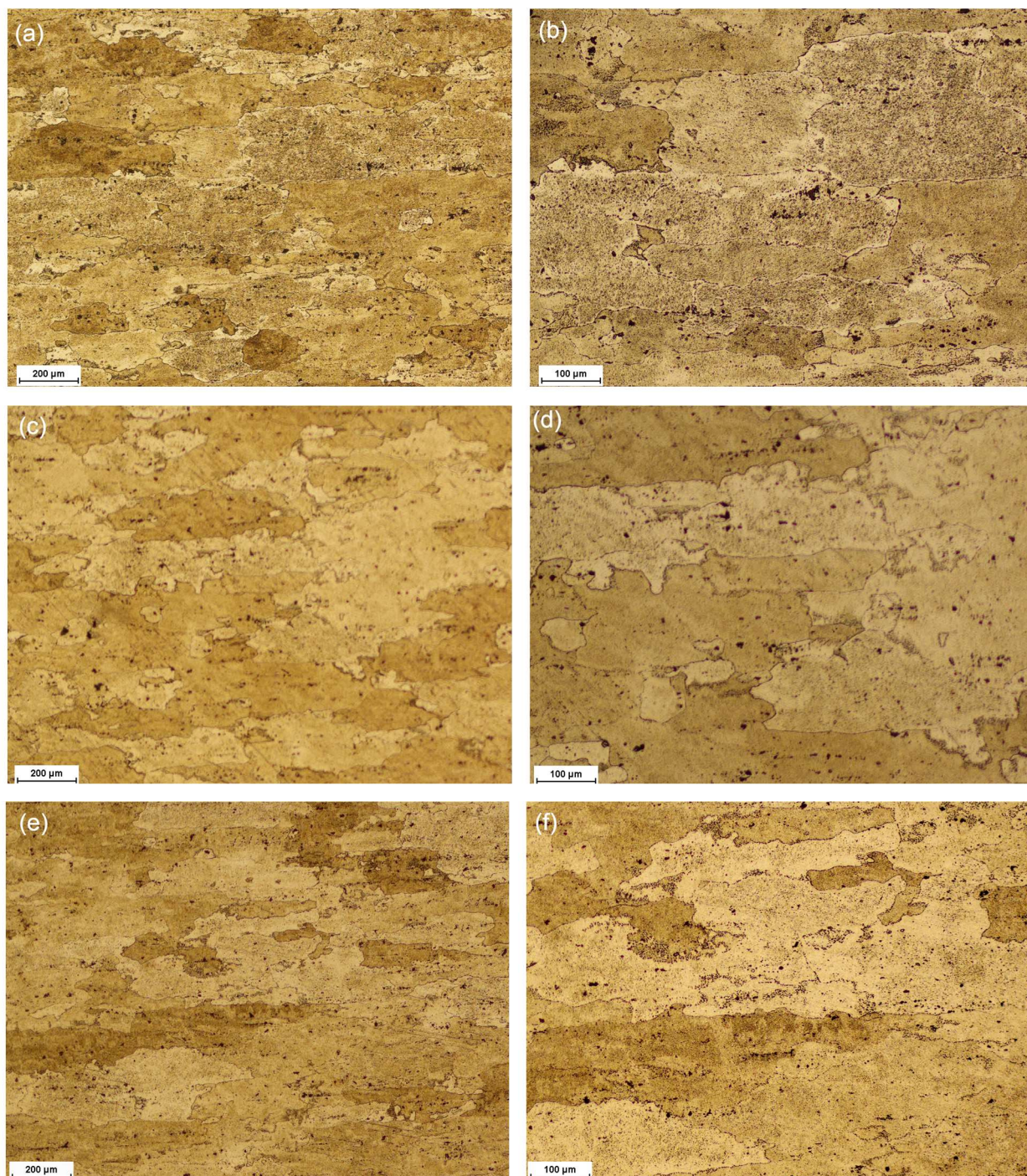
Element	Weight %	Atomic %	Error %
MgK	3.45	3.95	3.98
AlK	88.80	91.57	2.62
SiK	2.08	2.06	7.89
MnK	0.01	0.00	77.98
FeK	0.03	0.02	65.69
CuK	1.03	0.45	26.84
ZnK	4.60	1.96	15.00

Figure 4.2:l'analyse EDS des taches noires

2. Vieillissement à 120°C

2.1. Effet sur la microstructure

La figure (4.3) présente des images obtenues par microscopie optique en coupes longitudinales des échantillons vieillis à 120°C pendant des périodes de 2, 4, 8, 10 et 16 h.



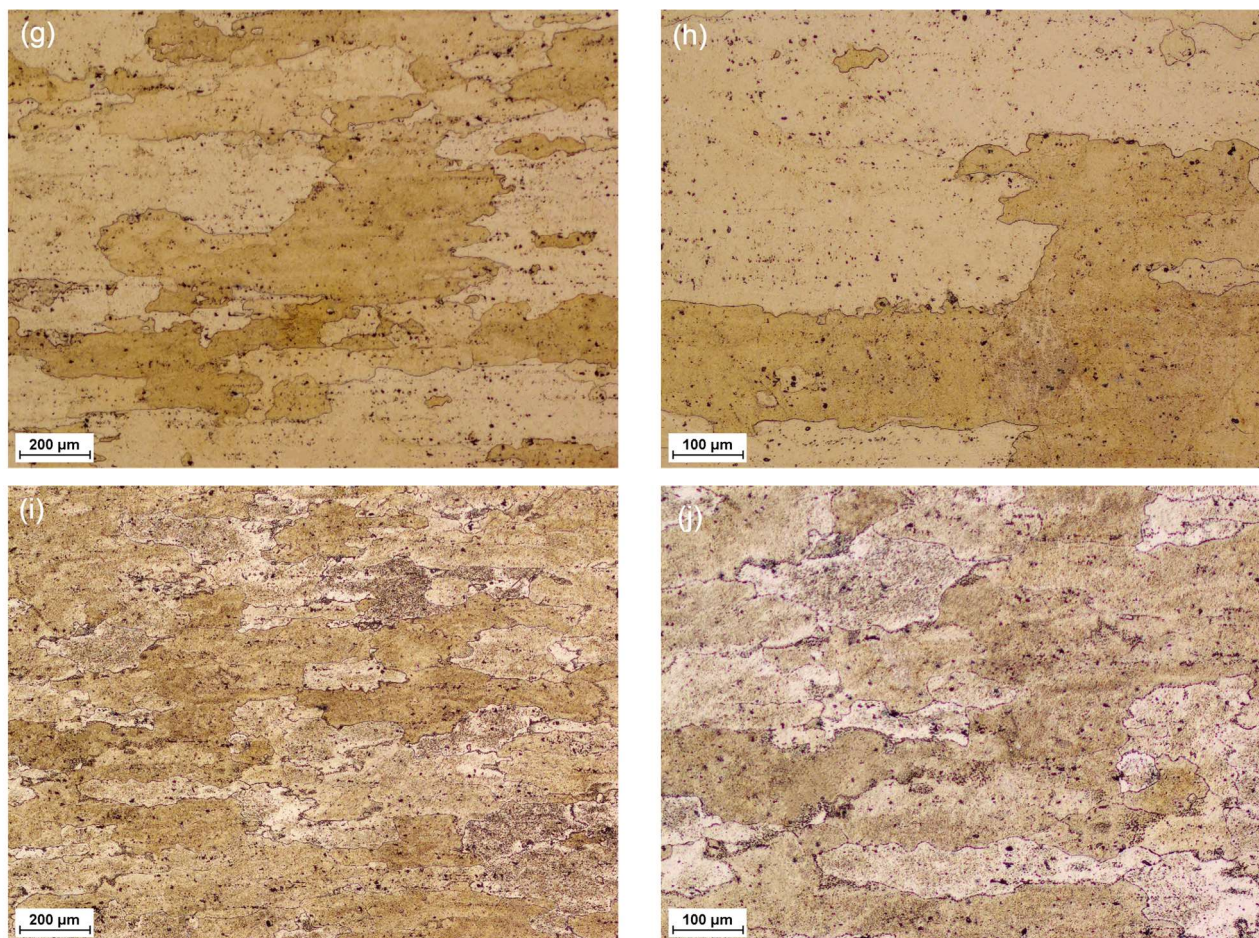


Figure 4.3: Les microstructures MO de la section RD-TD des alliages Al7075 non déformés et vieillis à $T=120^{\circ}\text{C}$ après (a,b) 2h, (c,d) 4h (e,f) 8h (g,h) 10h (i,j) 16h de maintien

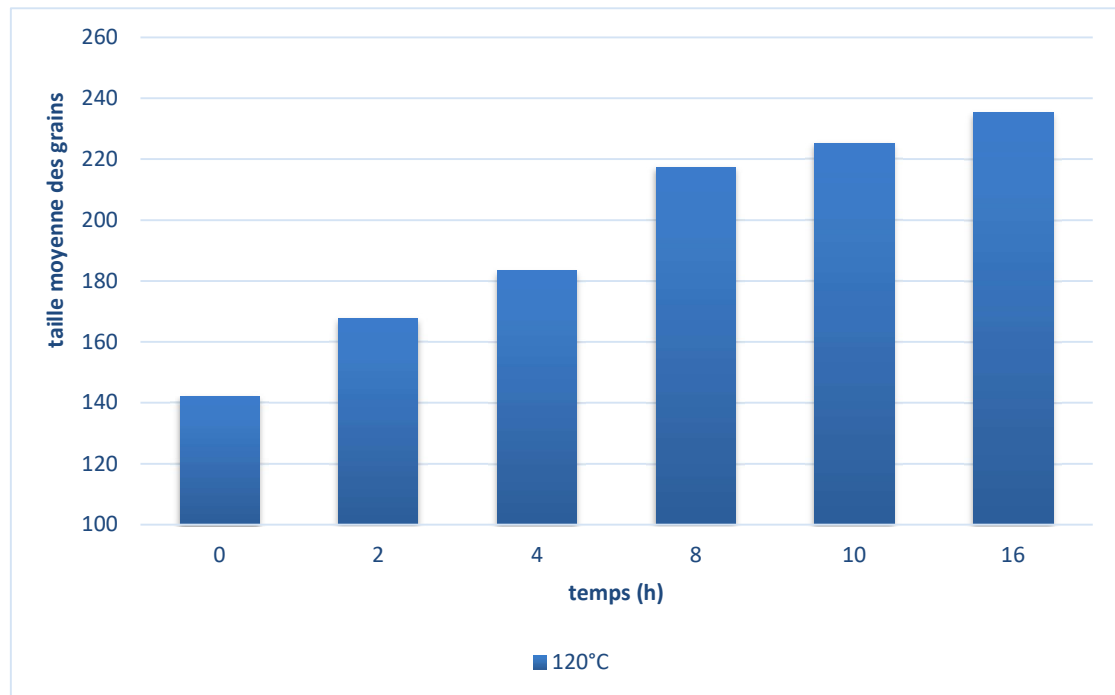


Figure 4.4:taille des grains en fonction de la durée de traitement à 120°C

Dans la figure (4.4), l'histogramme montre l'évolution de la taille des grains en fonction de la durée du traitement.

Il est observé que la matrice est constituée de grains grossiers en coalescence avec des frontières bien définies entre eux. Les analyses métallographiques des échantillons révèlent une augmentation faible et progressive de la taille des grains avec le temps de traitement, passant ainsi de 168,783 μm après 2 heures à 235,378 μm après un traitement de 16 heures. De plus, les petits grains recristallisés présents sur la figure (4.1) voient également leur taille augmenter au fil du vieillissement en fonction du temps. De plus, on remarque que les taches noires diminuent progressivement à mesure que le temps de vieillissement s'allonge contrairement aux particules intermétalliques qui ne subissent aucune modification dans leur morphologie.

2.2. Caractérisation par microscopie électronique à balayage :

La figure (4.5) représente les micrographies MEB d'un échantillon vieilli à 120 °C pendant 10h et l'analyse EDS des particules présentes dans la microstructure. Les analyse EDS montrent que ce sont des inclusions intermétalliques, même le SP6 qui contient du Zn et du Mg ne peut pas être le précipité MgZn₂ à cause du faible taux du zinc.

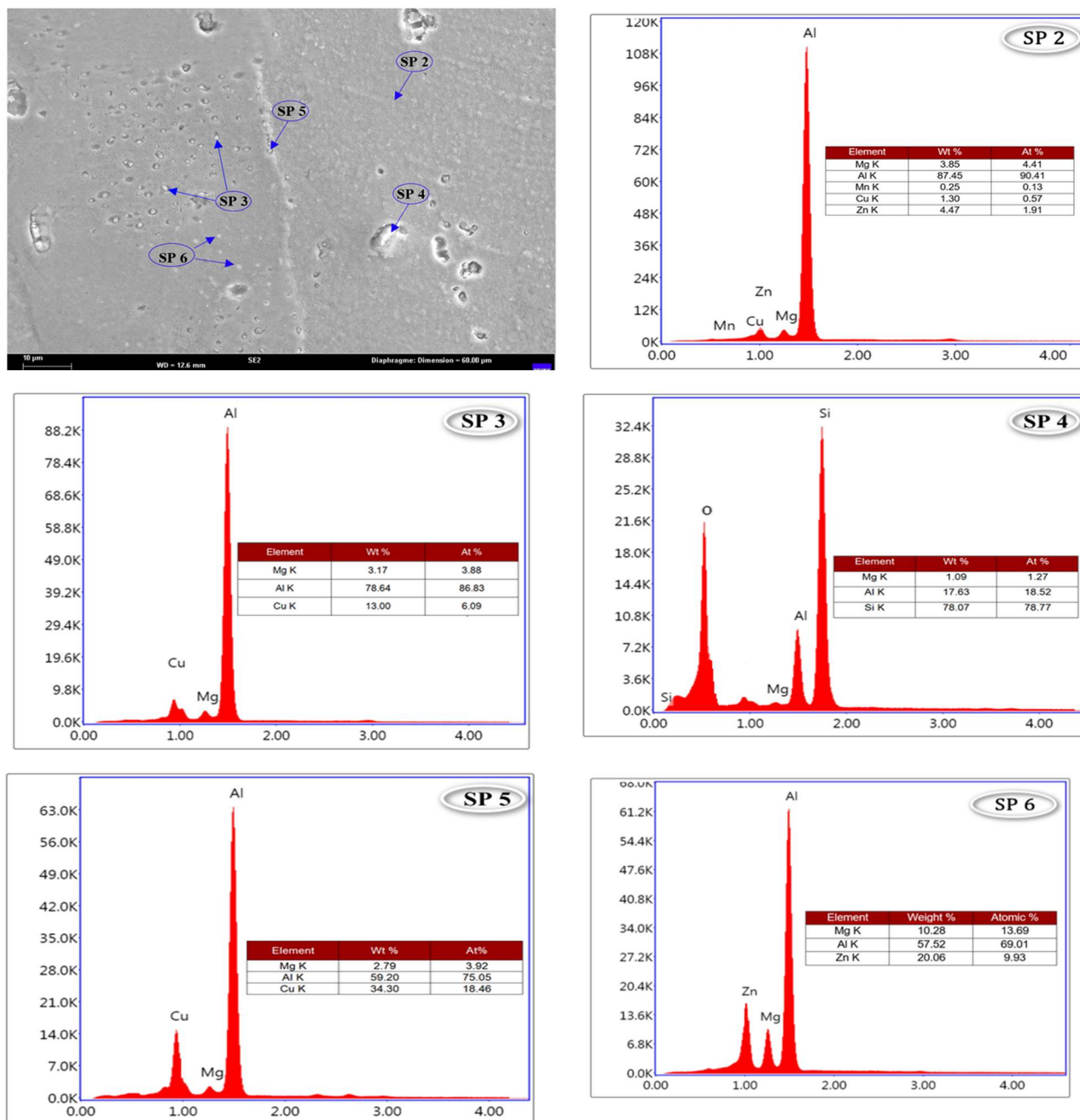


Figure 4.5 : Analyse EDS des particules

2.3. Effet sur la microdureté

La figure (4.6) illustre l'évolution de la microdureté de l'alliage au cours du revenu à 120°C en fonction du temps. Au début, on remarque une augmentation rapide de la dureté pendant les premières heures, atteignant un sommet significatif vers 4 heures de vieillissement. Ensuite, la courbe montre un palier de 4h à 6h, durant lequel la dureté reste presque stable. Après ce palier, on constate une augmentation plus progressive de la dureté, culminant à son maximum (167,341HV) vers 10 heures. Après 10 heures, une légère baisse de la dureté peut être constatée. Le durcissement produit pendant les quatre premiers heures (40HV) est associé à la précipitation des zones GP. Le deuxième durcissement, entre 6h et 10h est associé à la précipitation de la phase η' et η .

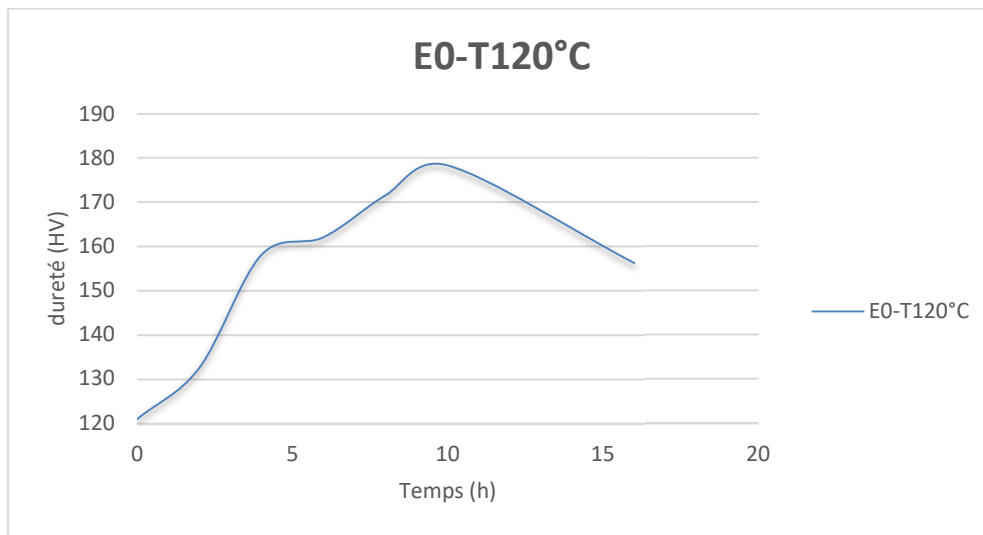


Figure 4.6: évolution de la microdureté en fonction de la durée de traitement à 120°C

2.4. La fraction transformée des zones GP

Pour étudier la cinétique de précipitation, nous avons appliqué la relation de Merle qui nous a permis de calculer la fraction transformée $y(t)$,

$$y(t) = \frac{HV(t) - HV(0)}{HV_{max} - HV(0)} \quad (4.1)$$

$Hv(t)$: Dureté de l'alliage, après un traitement thermique durant un temps t ,

$Hv(0)$: Dureté de l'alliage trempé,

Hv_{max} : Dureté de l'alliage pour une précipitation maximale

La courbe de la fraction transformée en fonction du temps est représentée dans la figure 4.7

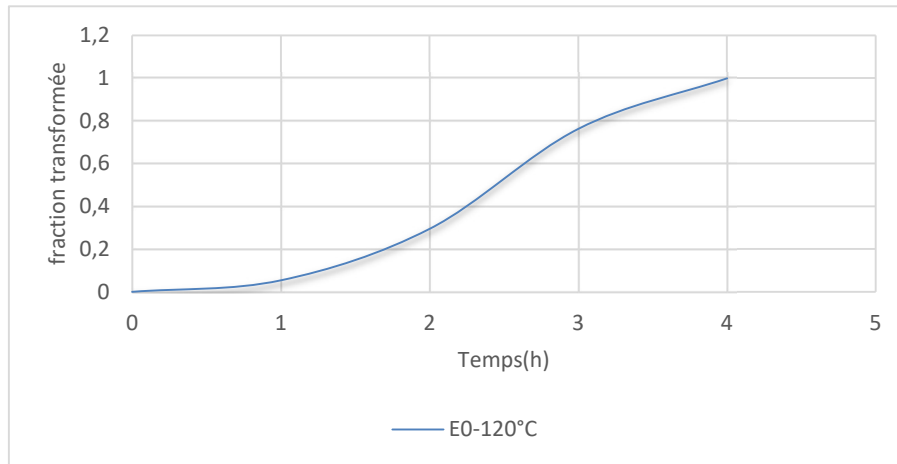


Figure 4.7: fraction transformée en fonction de la durée de traitement à T=120°C

Les paramètres de croissance n et k sont calculés en introduisant le logarithme népérien dans l'équation de Johnson-Mehl

$$Y(t) = 1 - \exp(-kt)^n \quad (4.2)$$

D'où

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-y(t)}\right)\right) = n \ln(t) + n \ln(k) \quad (4.3)$$

Les valeurs obtenues sont représentées dans la figure 4.8

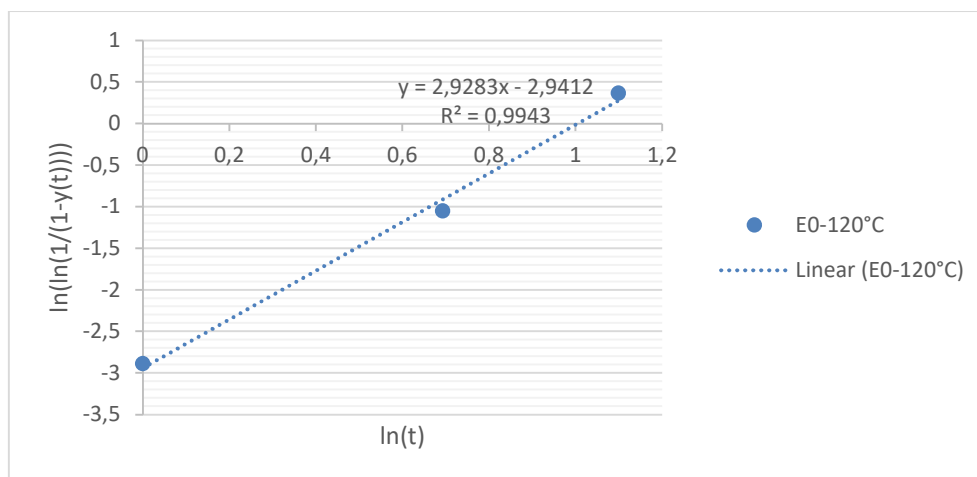


Figure 4.8: Détermination des paramètres n et k (120°C).

Par identification avec les paramètres a et b de la courbe on obtient :

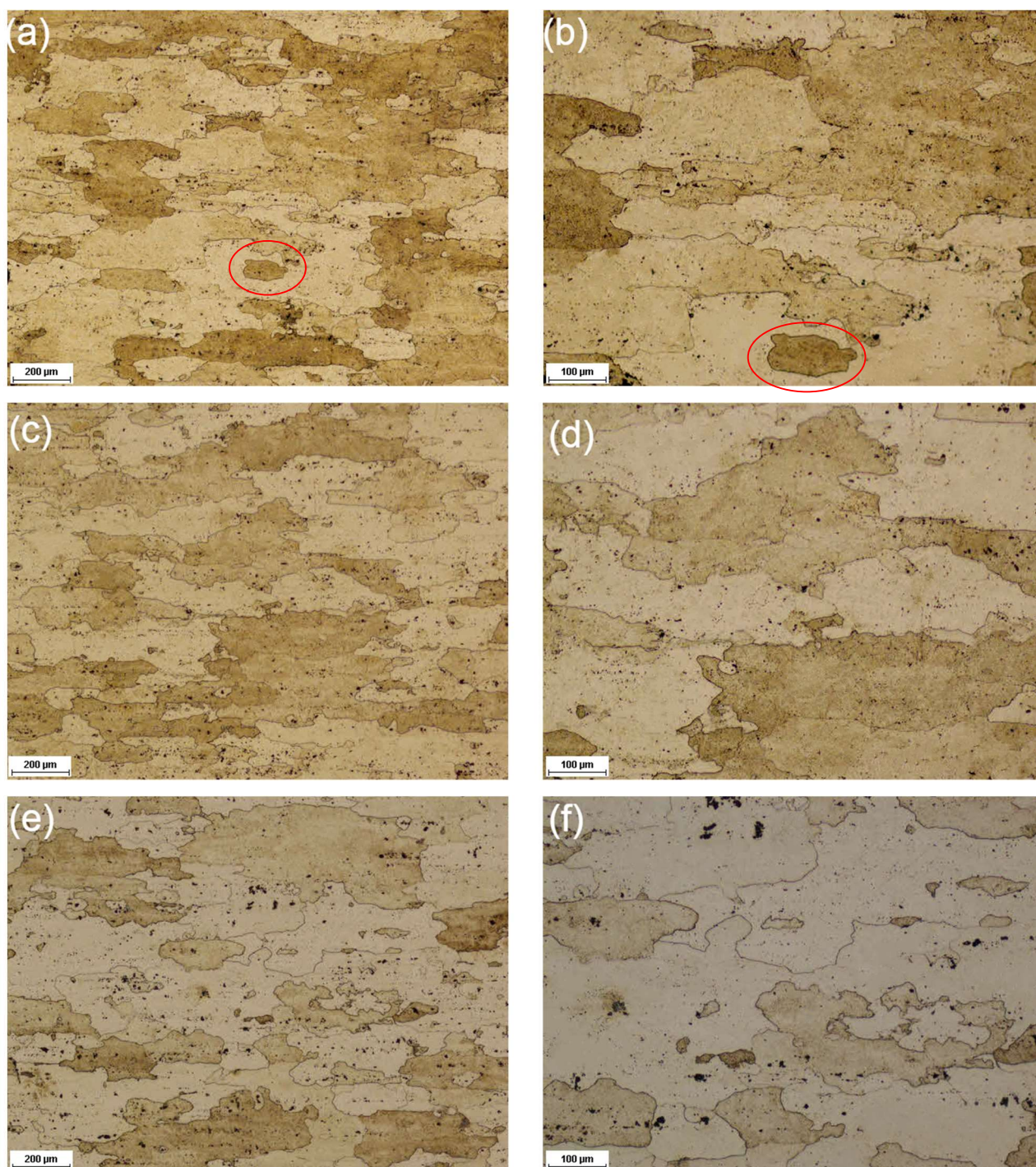
n=2,9283

K=0,3663

3. Vieillessement à 150°C

3.1. Effet sur la microstructure

La figure (4.9) montre des microscopies optiques en coupes longitudinales des échantillons vieillis à 150°C avec des durées de 30min, 1h, 2h, 4h, 8h, 10h et 16h.



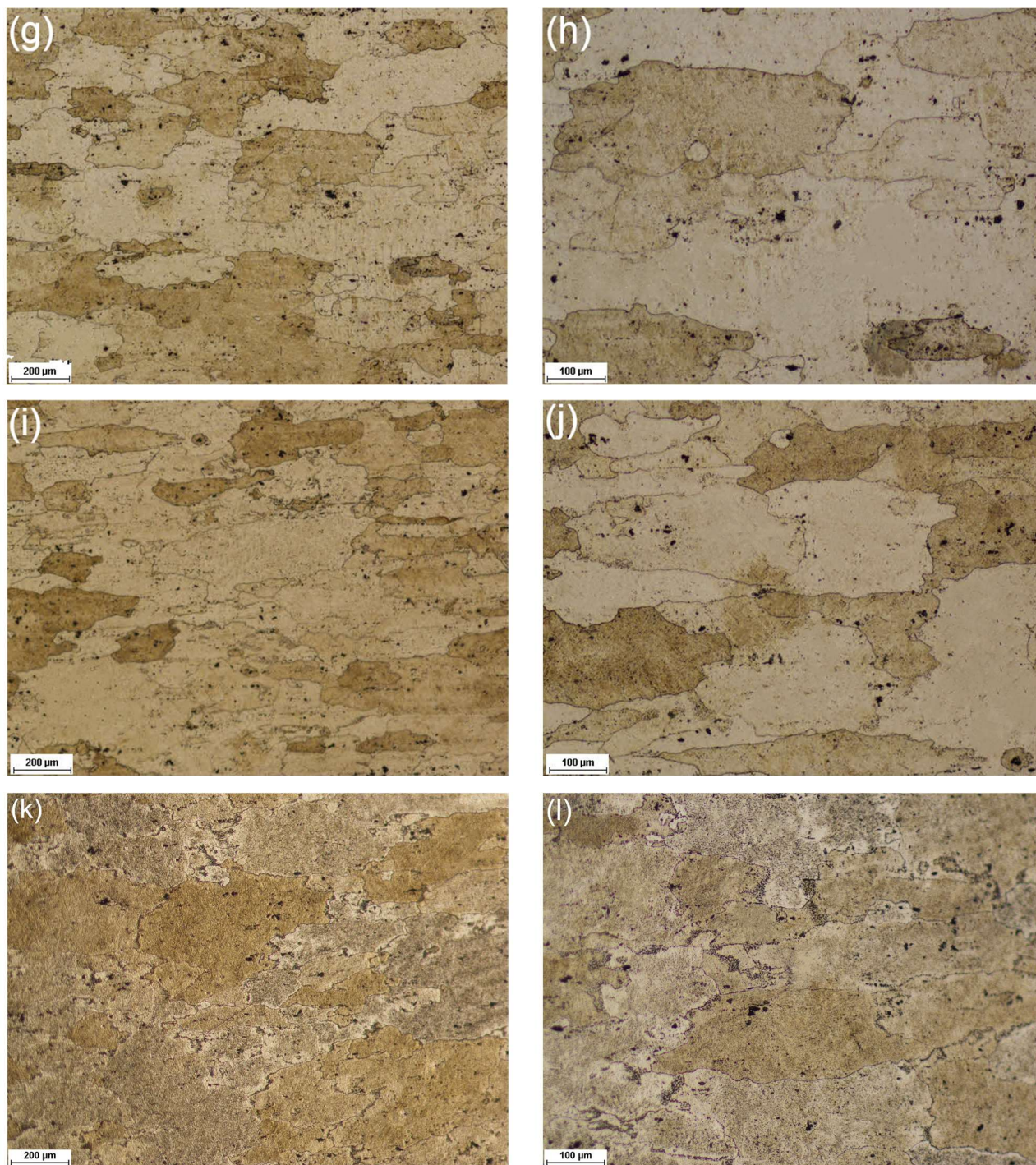


Figure 4.9: Les microstructures MO de la section RD-TD des alliages Al7075 non déformés et vieillis à $T=150^{\circ}\text{C}$ après (a,b) 30min, (c,d) 1h (e,f) 2h (g,h) 8h (i,j) 10h de maintien

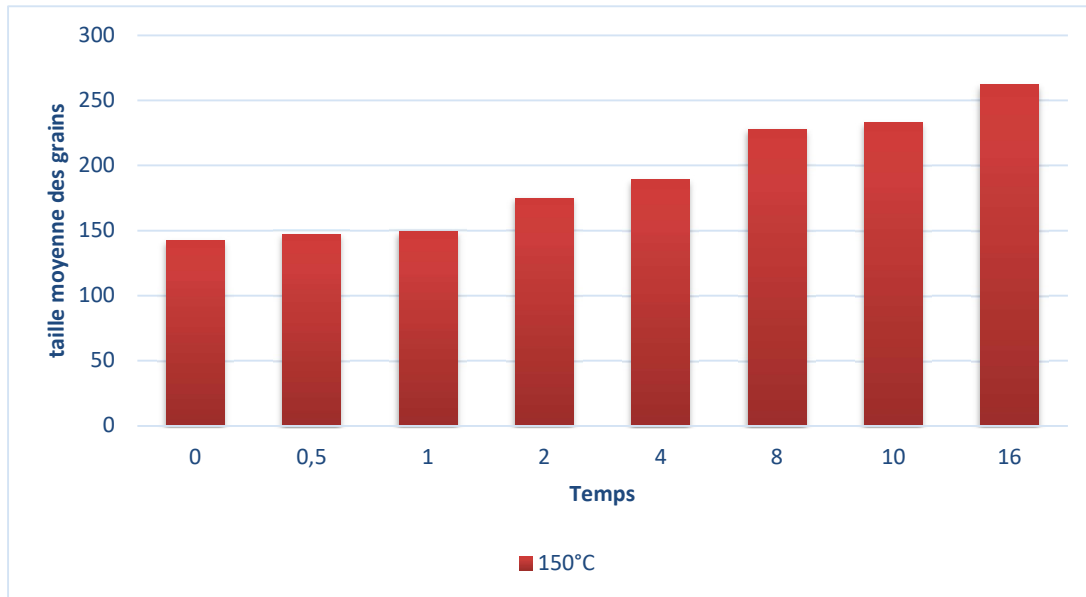


Figure 4.10: taille des grains en fonction de la durée de traitement à 150°C

La figure (4.10) montre l'histogramme de la variation de la taille des grains en fonction de la durée du traitement.

De la figure (4.9) et (4.10), nous pouvons remarquer que les grains deviennent de plus en plus gros lorsque la durée du traitement augmente. La taille des grains commence de 147,335 μm à 2h jusqu'à 262,064 μm après 16h de traitement.

De plus, les petits grains recristallisés, comme illustré dans la figure (4.1), augmentent également en dimension au fil du temps pendant le processus de vieillissement (ces grains sont entourés par des cercles rouges sur la figure (4.9)). Il est également noté que les taches noires diminuent progressivement avec l'augmentation du temps de vieillissement.

3.2. Effet sur la microdureté

La figure (4.11) représente la courbe d'évolution de la microdureté des échantillons non laminés en fonction du temps de traitement. Initialement, on observe une augmentation rapide de la dureté pendant les premières heures, atteignant un pic significatif autour de 2 heures de vieillissement. Après ce point, la courbe montre un palier de 2 à 4h, durant lequel la dureté reste presque stable. Après ce palier, on constate une augmentation plus modérée de la dureté, et atteint son maximum (178,444HV) vers 8h. Au-delà de 8 heures, une légère diminution de la dureté peut être observée. Le durcissement produit pendant les deux premiers heures (35 HV) est associé à la précipitation des zones GP. Le deuxième durcissement, entre 4h et 8h est associé à la précipitation de la phase η' et η .

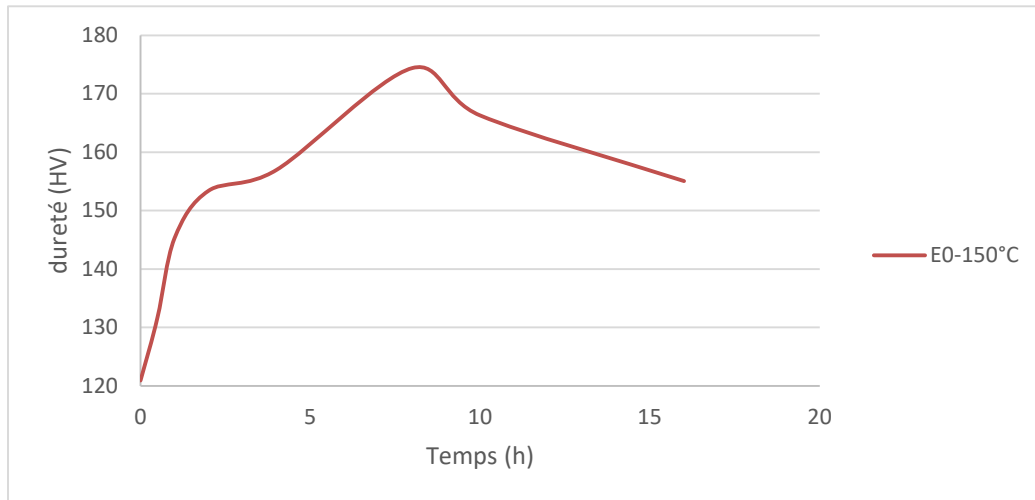


Figure 4.11: évolution de la microdureté en fonction de la durée de traitement $T=150^{\circ}\text{C}$

3.3. La fraction transformée

La courbe de la fraction transformée $y(t)$ montre que la précipitation est complète après 2h (figure 4.12, 4.13). La cinétique de la transformation est plus importante comparée à celle de la transformation à 120°C en considérant les valeurs de la constante de vitesse K .

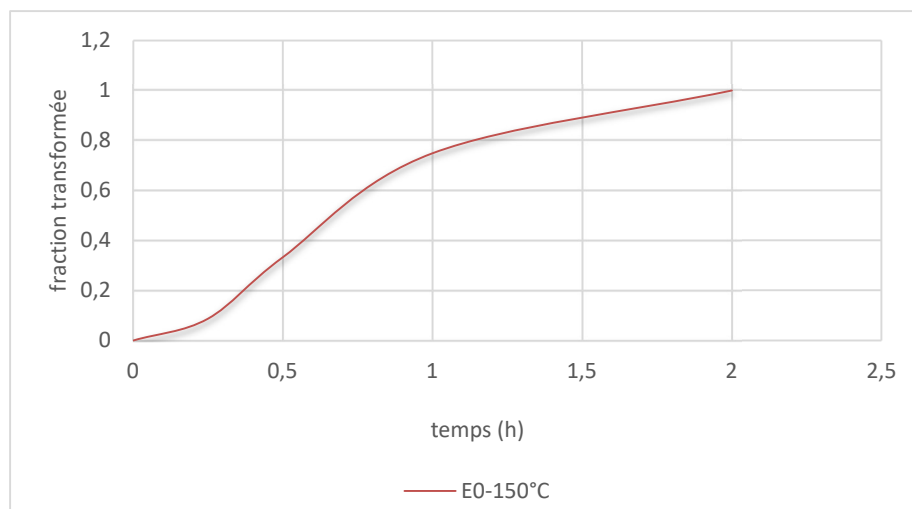


Figure 4.12: fraction transformée en fonction de la durée de traitement à $T=150^{\circ}\text{C}$

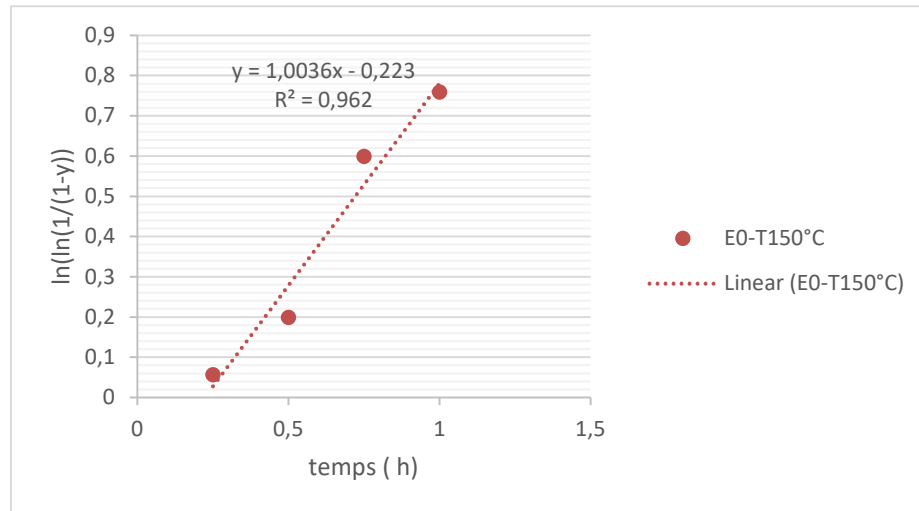


Figure 4.13:Détermination de n et k (T=150°C)

Le calcul des paramètres de croissance n et k à 150°C et fait par la même méthode appliquée à la température 120°C, on obtient

$$n = 1,0036$$

$$k = 0,7928$$

4. Comparaison entre les deux températures :

La figure (4.14) représente l'évolution de la taille des grains pendant le vieillissement à 120 et 150°C, on constate que la croissance des grains est particulièrement marquée et significative à une température de 150°C qu'à 120°C.

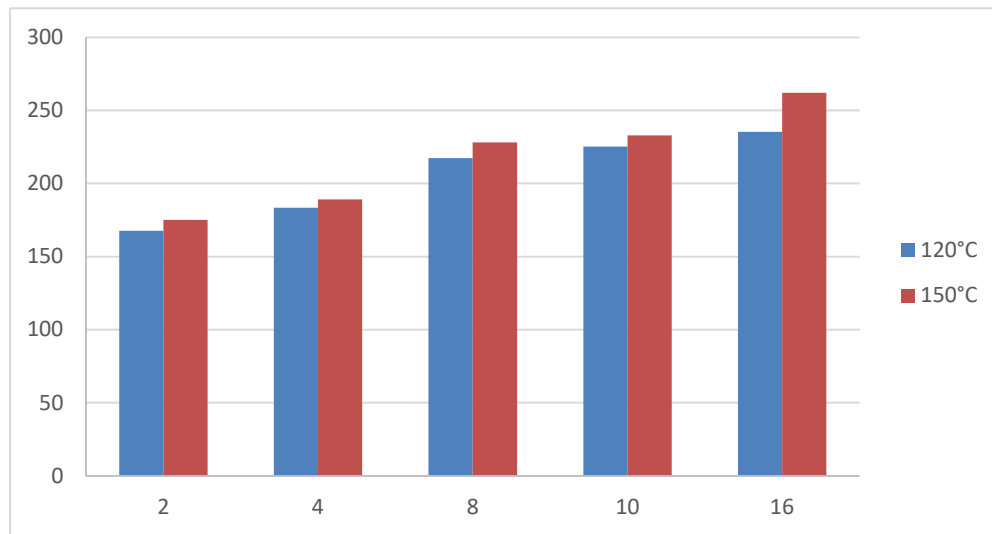


Figure 4.14: évolution de la taille des grains pendant le vieillissement à 120 et 150°C

La figure (4.15) représente l'évolution de la microdureté pendant le traitement de vieillissement à 120 et 150°C, on constate que le durcissement est plus important et le pic de dureté est avancé lorsque la température est plus élevée, on remarque également que la dureté maximale atteinte à 120°C est supérieure à celle de 150°C.

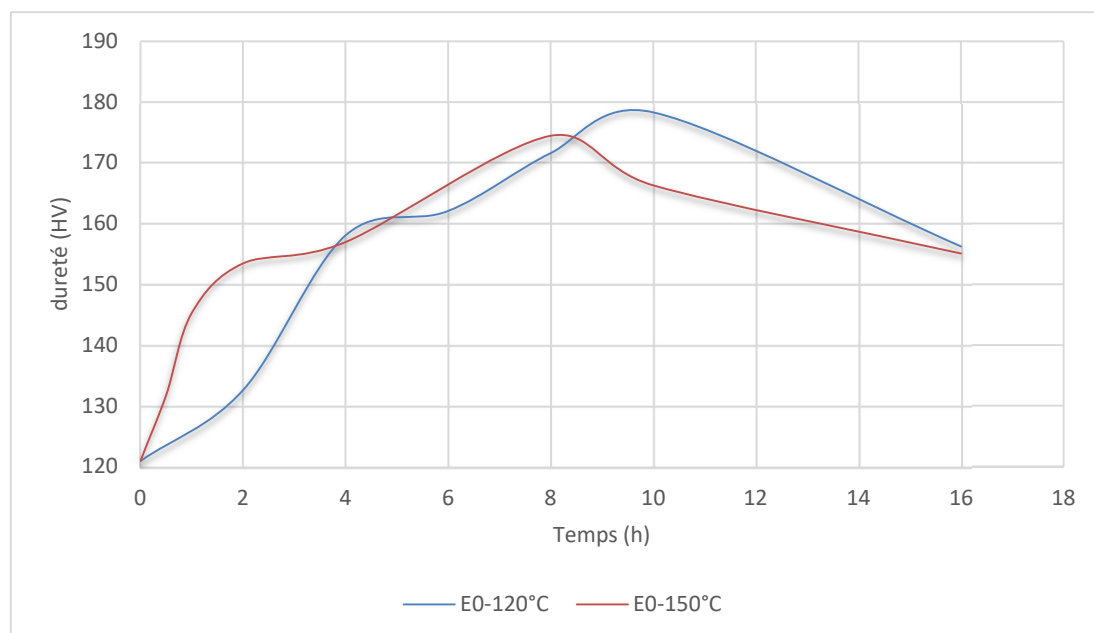


Figure 4.15: évolution de la microdureté à 120 et 150°C

5. Interprétation des résultats :

5.1. Evolution microstructurale pendant le vieillissement :

Pour la structure trempée, on peut voir que la structure de la matrice α de l'alliage est constituée de grains grossiers avec des limites des grains distinctes. Ces grains grossiers présentent une croissance orientée significative dans la direction de laminage, les caractéristiques des grains de cette croissance orientée sont liées au mécanisme de nucléation et de croissance de la recristallisation de l'alliage pendant le traitement de recuit et pendant la mise en solution appliqués à l'alliage qui a été laminé avant livraison.

Pour l'alliage 7075, un grand nombre de particules de $MgZn_2(\eta)$ de deuxième phase se forment au cours du processus de solidification et de cristallisation à l'équilibre. Ces particules de $MgZn_2$ se brisent et s'alignent dans le sens du laminage lors de la déformation à froid. Pendant le traitement en solution solide et le processus de recristallisation, le mouvement des joints de grains sera entravé. Étant donné que ces particules sont distribuées selon des lignes de flux, la résistance à la croissance des grains dans le sens de l'épaisseur de la plaque laminée est supérieure à celle dans le sens du laminage, et le taux de croissance des grains recristallisés dans le sens du laminage est donc plus élevé que dans le sens transversal. Cette hypothèse est confirmée par le travail Z.Zhao, R.Wu, B.Wang, M.Huang, G.Lei, et F.Luo [57].

Pour les structures trempées, les taches noires observées ne sont pas des précipités durcissants. Premièrement, les précipités dans l'alliage 7075 sont de taille nanométrique, ce qui les rend indétectables par un microscope optique. Deuxièmement, les précipités ne peuvent pas exister dans l'état trempé, où la seule structure présente est la phase α sursaturée. D'après l'Analyse EDS de ces taches on constate que :

- Les grandes particules sont des inclusions intermétalliques qui ne se dissolvent pas à l'état solide à cause de leur stabilité donc aucune modification de leur morphologie ne peut être remarquée pendant le revenu. Cette hypothèse est confirmée par le travail de Saul Hissaci de Souzaa, Angelo Fernando Padilhab, Andrea Madeira Kliaugac [58] ;
- Les petites taches sont des porosités et la diminution de la densité de ces particules pendant le revenu est due au mécanisme de diffusion des atomes d'Aluminium dans les pores ;

Pendant le revenu à 120 et à 150°C, les grains recristallisés pendant la mise en solution subissent une croissance en taille à mesure que la durée de traitement augmente. Cette croissance est plus importante à un revenu de 150°C qu'à 120°C ceci est justifié par :

- La coalescence des grains est fortement accélérée par l'augmentation de la température. Plus la température est élevée, la mobilité des joints de grains est plus élevée, favorisant ainsi la coalescence ;
- Avec le temps, les grains recristallisés croissent en consommant les grains déformés environnants cela ce produit principalement en raison de la réduction de l'énergie interfaciale entre les grains. Avec une durée prolongée, les grains peuvent commencer à se coalescer, menant à une réduction du nombre total de grains et à une augmentation de la taille moyenne des grains.

La dureté maximale atteinte à 120°C est supérieur à celle de 150°C, ceci est justifié par la densité plus élevée, la taille plus petite et la distribution plus importante des zones GP à une température plus basse.

5.2. Le durcissement par précipitation

La courbe de vieillissement à 120°C montre l'évolution de la dureté de l'alliage Al7075, au cours du temps. On constate que le durcissement passe par deux étapes distinctes séparées par un palier, initialement, on observe une augmentation rapide de la dureté pendant les premières heures, atteignant un pic significatif autour de 4 heures de vieillissement. Cette augmentation rapide pendant la première étape de durcissement est attribuée à la formation des zones GP, et représente environ 65% du durcissement.

La stabilité de la dureté entre 4h et 6h est justifiée par le phénomène de réversion (dissolution partielle des zones GP et formation de la phase η'). Pendant la deuxième étape, la courbe montre une augmentation plus modérée de la dureté, cela est due à la formation de la phase métastable η' et ne représente que 35% du durcissement, donc il est clair que le durcissement de cet alliage est principalement dû à la formation des zones GP.

La dureté atteint son maximum vers 10 heures, reflétant l'achèvement optimal de la formation de précipités durcissants. Au-delà de 10 heures, une légère diminution de la dureté peut être observée, ce qui peut être attribué au sur-vieillissement, où les précipités de la phase d'équilibre η commencent à grossir et à coalescer, réduisant l'efficacité du durcissement.

Lors du vieillissement de l'alliage Al7075 à 150°C, le processus de durcissement subit une accélération en raison de l'augmentation de la mobilité atomique à cette température plus élevée. Ainsi, le premier pic de dureté, associé à la formation des zones GP, se produit après seulement 2 heures, comparativement aux 4 heures nécessaires à 120°C. De même, le deuxième pic, dû à la formation de la phase métastable η' , est atteint après 8 heures au lieu de 10 heures. Cette accélération du processus est due au fait que les atomes diffusent plus rapidement et que les précipités se forment plus vite à des températures plus élevées [59].

Le principe de base de ce durcissement structural est l'augmentation de la limite d'élasticité contrôlée par l'interaction des dislocations avec des précipités. Les précipités ont pour effet de freiner ou de bloquer les dislocations, augmentant ainsi la limite d'écoulement du matériau. Il existe deux types d'interactions entre les précipités et les dislocations : le cisaillement et le contournement (contournement d'Orowan et glissement dévié) [28].

Le mode de franchissement opérant sera celui qui se produit pour la contrainte la plus faible. Classiquement, on considère que le pic de dureté correspond à la transition cisaillement (pour les GP et η') / contournement (pour η).

Dans le cas de cisaillement, pour une fraction volumique donnée, les précipités seront d'autant plus difficiles à cisailier que leur taille est importante. Inversement, les précipités contournés le sont d'autant plus facilement que la distance qui les sépare est grande (donc que leur rayon est grand). Le durcissement par les zones GP est donc le plus important car ils sont plus petits, plus nombreux et plus dispersés dans la matrice que les précipités η' [60].

5.3. La croissance des zones GP

L'allure des courbes représentant la fraction transformée en zones GP en fonction du temps à la température 120 et 150°C sont de type exponentielle (La forme S) cela indique que cinétique de précipitation obéit à la loi empirique de Johnson-Mehl-Avrami (JMA). En effet on remarque que la précipitation des zones GP commence après un certain temps de maintien qui varie en fonction de la température, et ce phénomène s'accroît avec l'augmentation du temps de maintien jusqu'à atteindre 100% où on remarque une stabilisation de la courbe. On constate également un décalage entre les courbes selon leurs températures de revenu correspondantes.

Le facteur n nommé paramètre de croissance représente la différence d'énergie libre spécifique entre la phase GP et la matrice cristalline α , tandis que le facteur k est liée à la cinétique de croissance de ces phases.

On constate que le facteur n est positif pour les deux températures de transformation, cela indique que les zones GP sont thermodynamiquement plus stable que la matrice α , cela signifie que lorsque ces phases se forment, la réduction de l'énergie libre du système favorisent la formation et la croissance des zones GP.

On remarque également que le facteur k est plus élevé à 150°C par rapport à 120°C, ce qui indique une cinétique de croissance plus rapide des zones GP.

Cette hypothèse est confirmée par le travail de A.Zemmal et B.Zemmal [23,24].

CHAPITRE 5 :

EFFET DE L'ÉCROUISSAGE PAR LAMINAGE SUR LE VIEILLISSEMENT DE L'ALLIAGE 7075

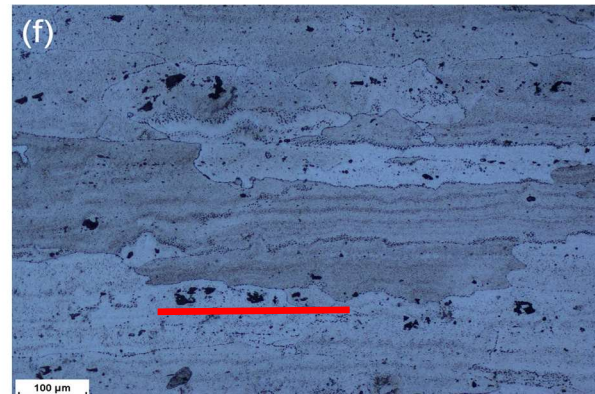
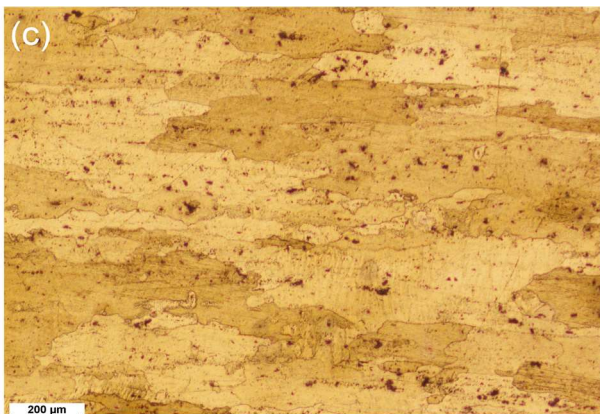
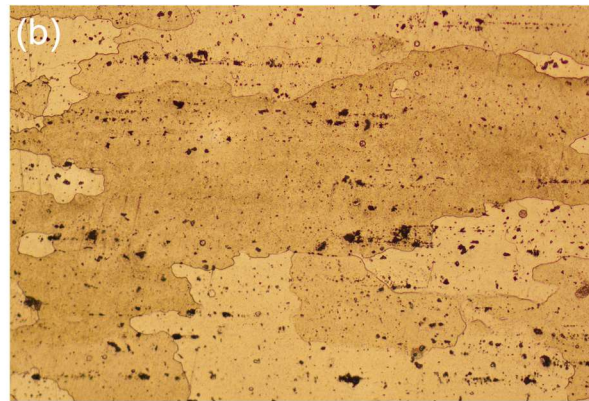
Ce chapitre explore l'influence de l'érouissage par laminage à froid sur le processus de vieillissement de l'alliage d'aluminium 7075. Nous étudierons comment la déformation mécanique induite par le laminage affecte la microstructure et les propriétés mécaniques de l'alliage pendant le vieillissement thermique. En examinant les mécanismes de précipitation, nous chercherons à comprendre comment le laminage à froid modifie la réponse du matériau aux températures de 120°C et 150°C, comparativement au vieillissement sans déformation, comparativement au vieillissement sans déformation.

1. Effet de l'érouissage par laminage :

1.1. Effet sur la microstructure

La figure (5.1) illustre les microstructures optiques des sections RD-TD (Rolling Direction-Transverse Direction) de l'alliage Al7075 après différentes réductions d'épaisseur, respectivement. De plus, la variation de la largeur moyenne des grains est représentée dans la Fig (5.2), et la variation de la taille des grains dans le sens de laminage est représentée dans la Fig (5.3).

Dans l'échantillon non laminé les particules sont distribuées de manière homogène dans la matrice et la structure présente des grains très grossier dont la taille moyenne était de 142,211 μm (fig 5.1 a et b).



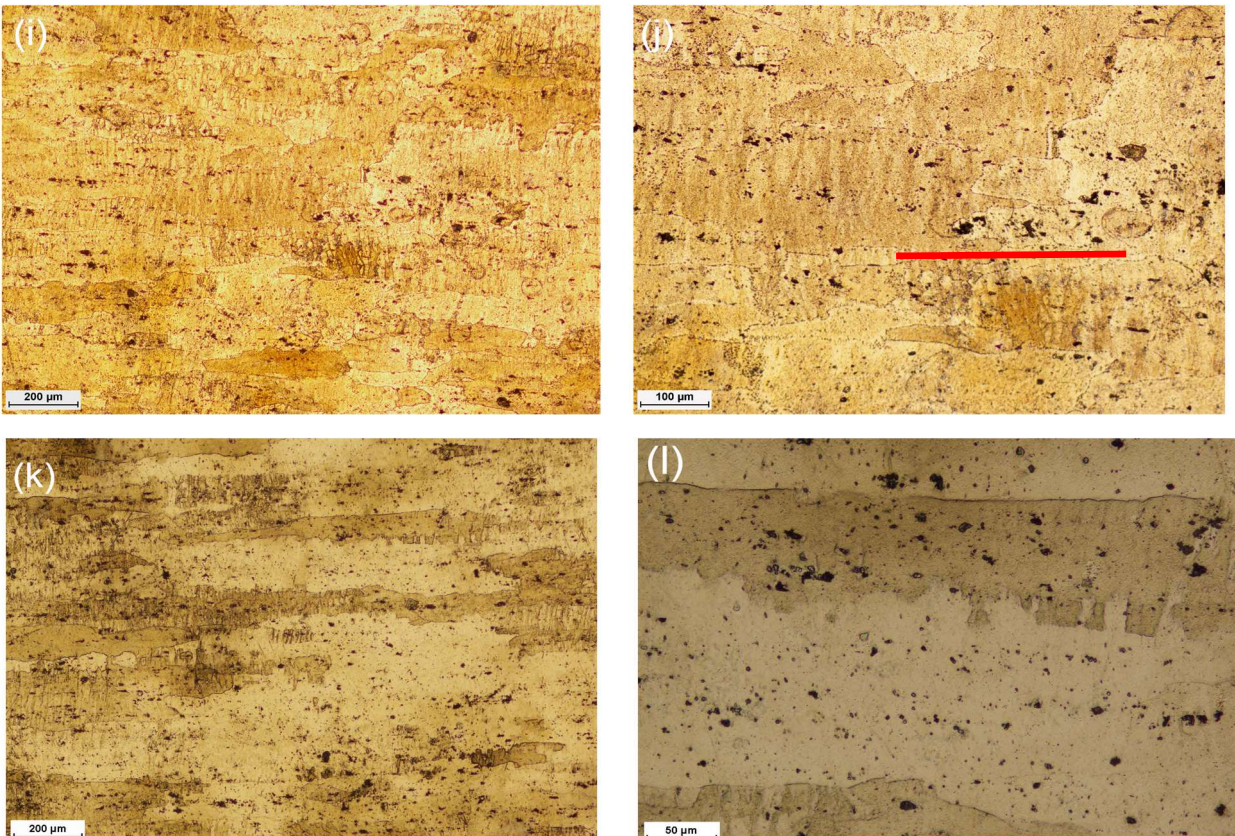


Figure 5.1: Les microstructures MO de la section RD-TD de Al7075 après (a,b) 0 %, (c,d) 12,65 %, (e,f) 21,25 %, (g,h) 32,39 % (i,j) 43,69 % et (k,l) 55,47% de réduction d'épaisseur

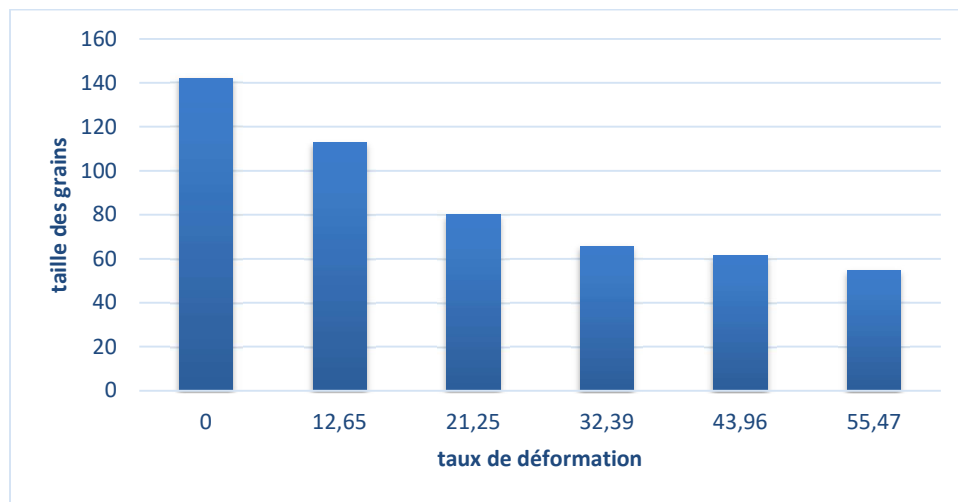


Figure 5.2: taille des grains dans le sens perpendiculaire du sens de laminage en fonction du taux de déformation

Pour les échantillons laminés, la largeur des grains a considérablement diminué jusqu'à 54,764 μm avec un laminage de 55,47%. Les grains dans la section RD-TD s'allongent proportionnellement avec le taux de laminage, elle passe de 513 μm pour l'état initial non déformé à 1154,5 μm pour une déformation de 55,47%.

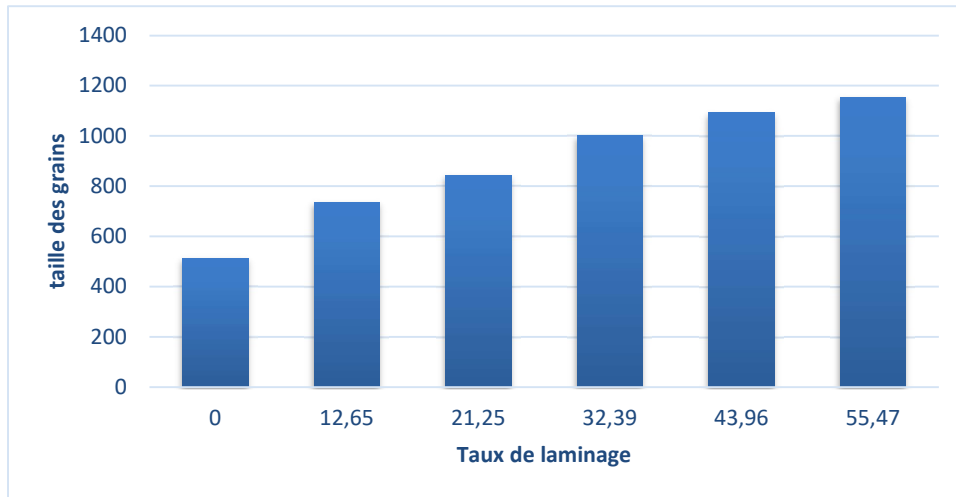


Figure 5.3: taille des grains dans le sens de laminage en fonction du taux de déformation

Lorsque le taux de laminage dépasse 30%, des fragmentations de grains apparaissent et deviennent plus importantes avec l'augmentation du taux de déformation. De plus, les particules intermétalliques sont plus fines et alignées dans la direction de laminage dans les échantillons traités par déformation à froid (soulignées en lignes rouge dans la figure 5.1). On remarque également que le nombre de pores a diminué lorsque la déformation est appliquée.

1.2. Effet sur la dureté

La figure (5.4) illustre l'évolution de la dureté en fonction du taux de laminage. La dureté de l'alliage augmente avec le taux de déformation. Pour un taux de laminage de 55%, l'accroissement de la dureté atteint 30 HV

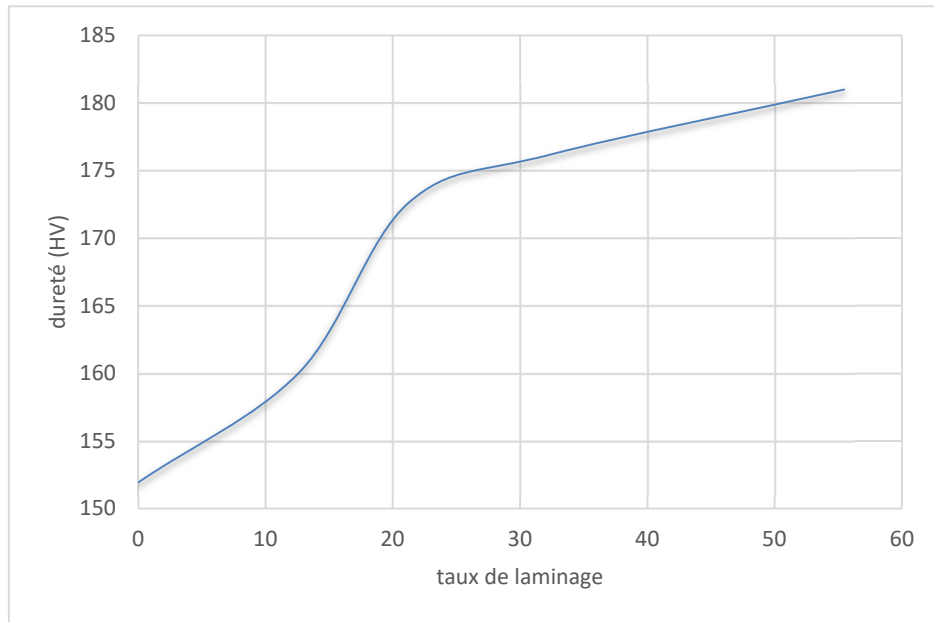


Figure 5.4 : évolution de la dureté en fonction du taux de laminage

2. Effet du laminage sur le vieillissement

2.1. Vieillissement à 120°C

2.1.1. Effet sur la microstructure

- Structure de la matrice

La figure (5.5) montre les microstructures déformées après un traitement de revenu à 120°C pendant 16 heures. Il a été observé que les grains conservaient leur forme allongée, démontrant la stabilité de la structure malgré des temps de revenu prolongés. Aucun changement significatif n'a été observé en microscopie optique, ce qui indique que ce traitement thermique particulier n'a pas provoqué de changements significatifs dans la morphologie des grains.

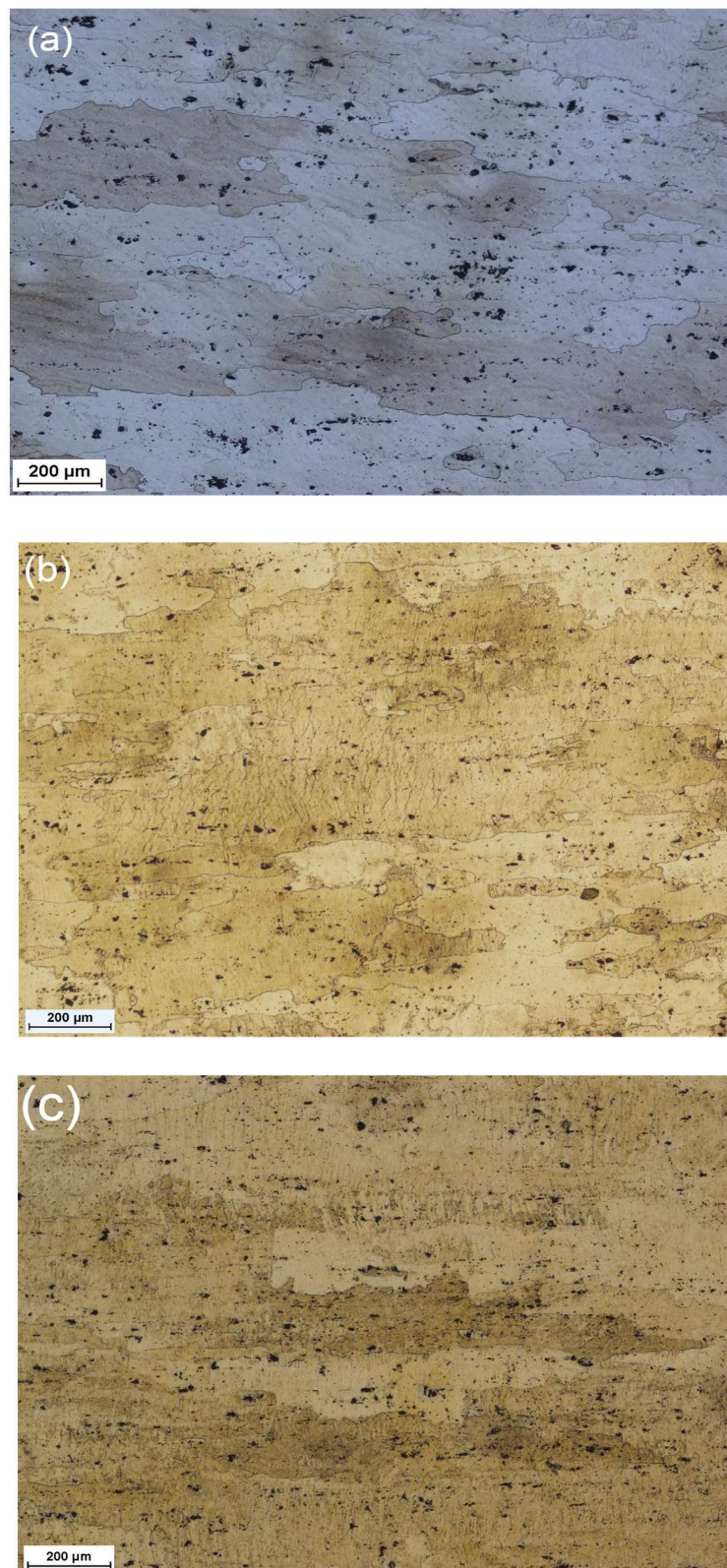
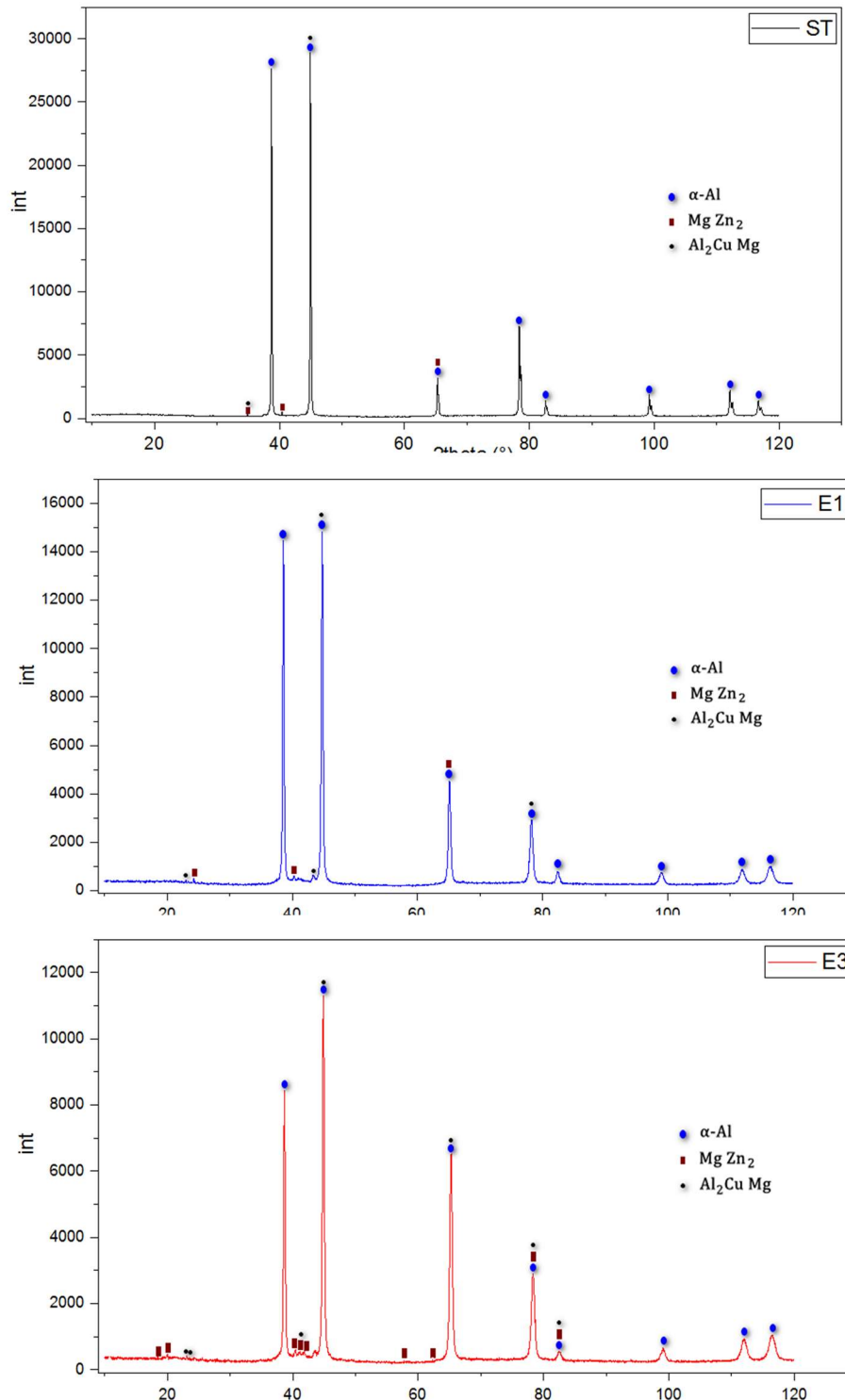


Figure 5.5: Les microstructures MO de la section RD-TD de Al7075 après 16h de traitement à 120°C des échantillons avec (a) 12,65 %, (b) 32,39 % et (c) 55,47% de réduction d'épaisseur

- Les précipités

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) représentée dans la figure (5.6) révèle que les particules observées par microscopie optique sont des précipités de type Al_2CuMg (précipité intermétallique) et $MgZn_2$ (précipités durcissants), dispersés dans une matrice de la phase α (aluminium), avec des degrés de précipitation variant entre l'état non laminé vieilli (ST), et les différents taux de laminage dans l'état laminé et vieilli à 120°C pendant 10h.



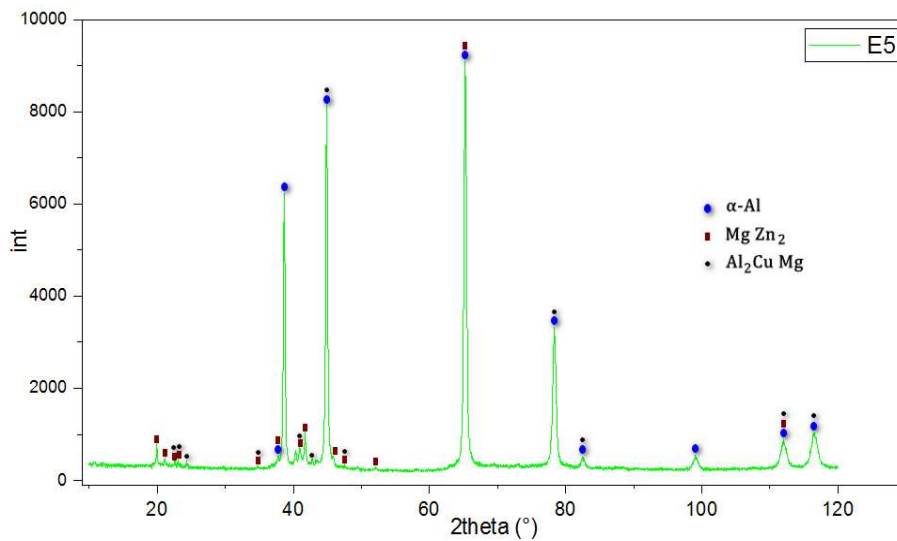


Figure 5.6: l'analyse par diffraction des rayons X après 10h de traitement à 120°C

D'après le diffractogramme de l'échantillon E1 laminé (12,65%), on constate que les intensités des pics représentant la phase d'aluminium diminuent par rapport à l'état non laminé ce qui confirme que le pourcentage de la phase α diminue et le pourcentage des précipités augmente.

Pour l'échantillon E3 laminé (32,39%), on observe une diminution significative des intensités des pics correspondant à la phase α , tandis que le pourcentage des précipités augmente de manière remarquable et significative.

Quant à l'échantillon E5 laminé (55,47%), le diffractogramme montre une augmentation significative des intensités des pics représentant les précipités. De plus, on note la présence de plusieurs pics de précipités, indiquant une distribution importante des précipités dans l'échantillon.

2.1.2. Effet sur le durcissement

Les résultats des mesures de microdureté pendant le vieillissement à 120°C sont présentés dans la figure (5.7). Pour l'échantillon non déformé (E0), la courbe montre une augmentation rapide jusqu'à 4 h, suivie d'un palier de 4 à 6 heures, où la dureté se stabilise. Elle augmente ensuite progressivement jusqu'à atteindre un pic à 10 heures, pour enfin, subir une diminution.

Pour l'échantillon E1 (laminé à 12,65 %), la courbes présente une allure similaire, mais la dureté est supérieure à celle de l'état non laminé. Nous avons également observé une légère diminution de la dureté à 6 h pendant le palier.

Pour les échantillons E3 (laminé à 32,39 %) et E5 (laminé à 55,47 %), le durcissement s'est réalisé en une seule étape : la dureté a augmenté et a atteint une valeur maximale à 8 h pour E3 et à 4 h pour E5.

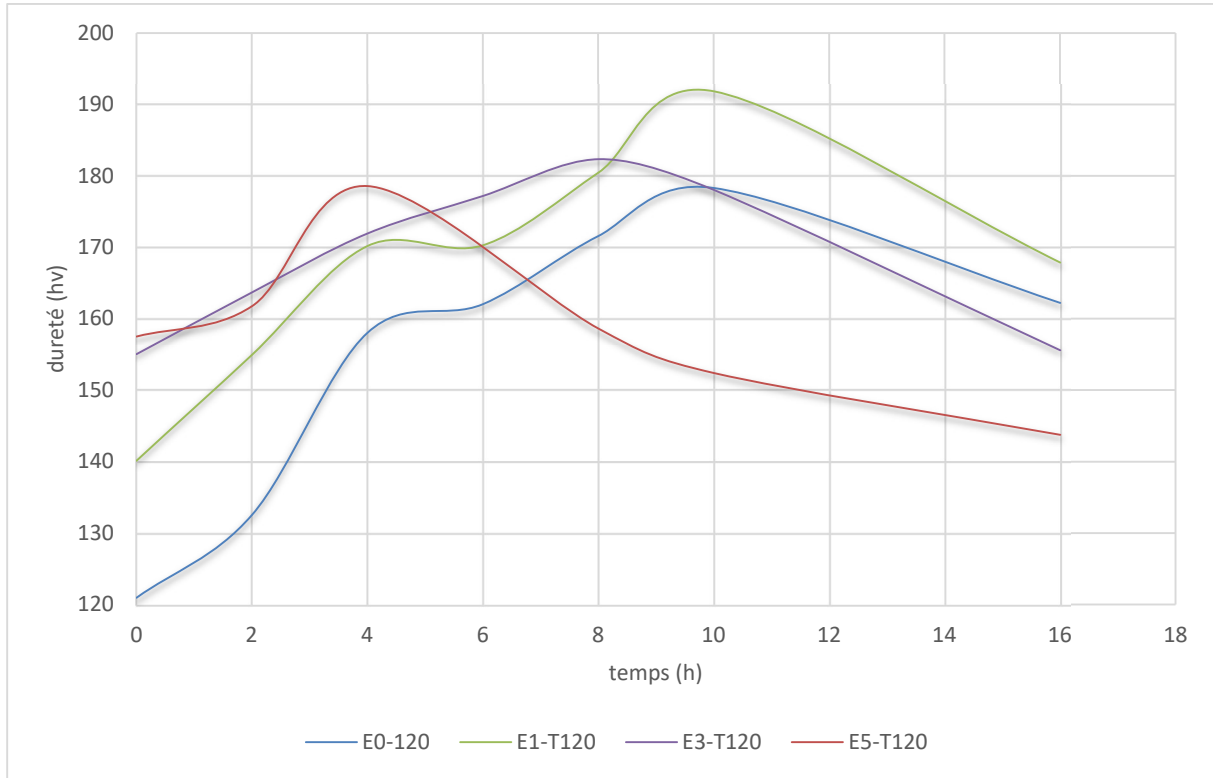


Figure 5.7: courbes de dureté en fonction du temps de vieillissement à T=120°C

2.2. Vieillissement à 150°C

2.2.1. Effet sur la microstructure

La figure (5.8) illustre les microstructures déformées après un traitement de revenu à 150°C pendant 16 heures. Il a été observé que les grains conservaient leur forme allongée, démontrant la stabilité de la structure malgré des temps de revenu prolongés. Aucun changement significatif n'a été observé en microscopie optique, ce qui indique que ce traitement thermique particulier n'a pas provoqué de changements significatifs dans la morphologie des grains.





Figure 5.8: Les microstructures MO de la section RD-TD de Al7075 après 16h de traitement à 150°C des échantillons avec (a) 12,65 %, (b) 32,39 % et (c) 55,47% de réduction d'épaisseur

2.2.2. Effet sur le durcissement

La figure (5.9) représente les résultats des mesures de microdureté pendant le vieillissement à 150°C. Pour l'échantillon non déformé (E0), la courbe montre une augmentation rapide jusqu'à 2 h, suivie d'un palier de 2 à 4 heures, où la dureté se stabilise. Elle augmente ensuite progressivement jusqu'à atteindre un pic à 8 heures, puis diminue.

Pour l'échantillon E1 (laminé à 12,65 %), la courbe présente une allure similaire, mais la dureté est supérieure à celle de l'état non laminé. Nous avons également observé une légère diminution de la dureté à 4 h pendant le palier.

Pour les échantillons E3 (laminé à 32,39 %) et E5 (laminé à 55,47 %), le durcissement s'est réalisé en une seule étape : la dureté a augmenté et a atteint une valeur maximale à 6 h pour E3 et à 4h pour E5.

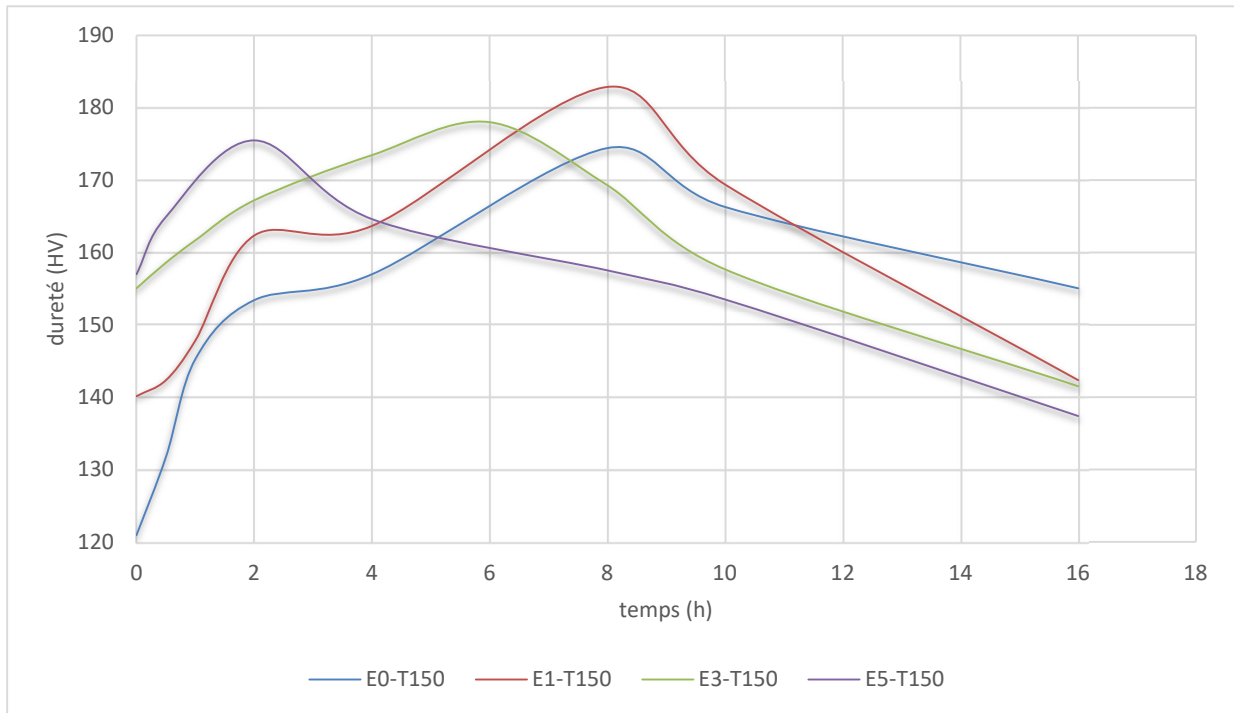


Figure 5.9: courbes de dureté en fonction du temps de vieillissement à T=150°C

3. Comparaison

La figure (5.10) présente les courbes de la dureté maximale atteinte lors du vieillissement à 120 et 150°C en fonction du taux de laminage, tandis que la figure 11 illustre le temps nécessaire pour atteindre cette dureté maximale en fonction du taux de laminage. On observe que pour les deux températures, la dureté augmente jusqu'à un taux de laminage de 12,65%, mais diminue ensuite avec des taux plus élevés.

La durée nécessaire pour atteindre le pic de dureté diminue lorsque le taux de laminage augmente.

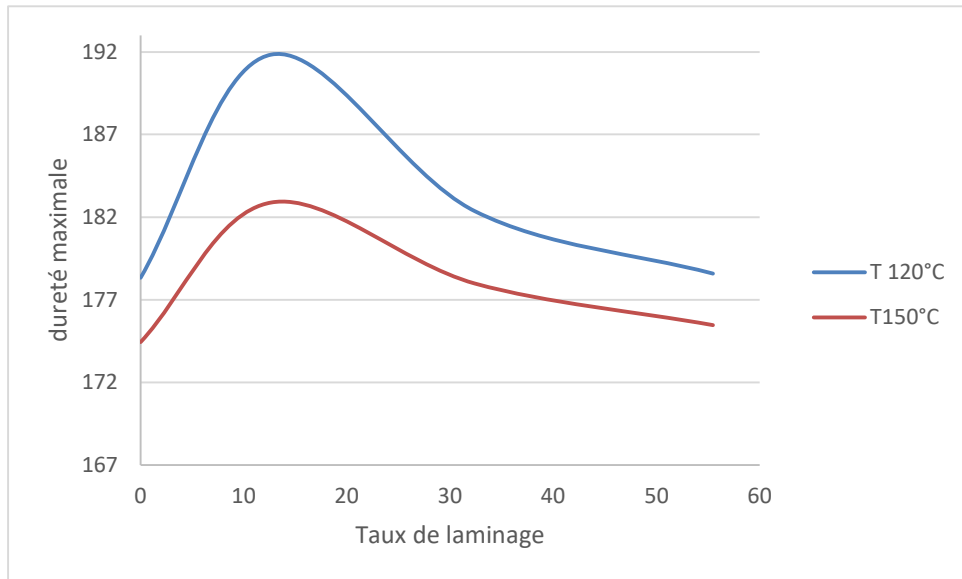


Figure 5.10: Courbes de dureté maximale en fonction du taux de laminage

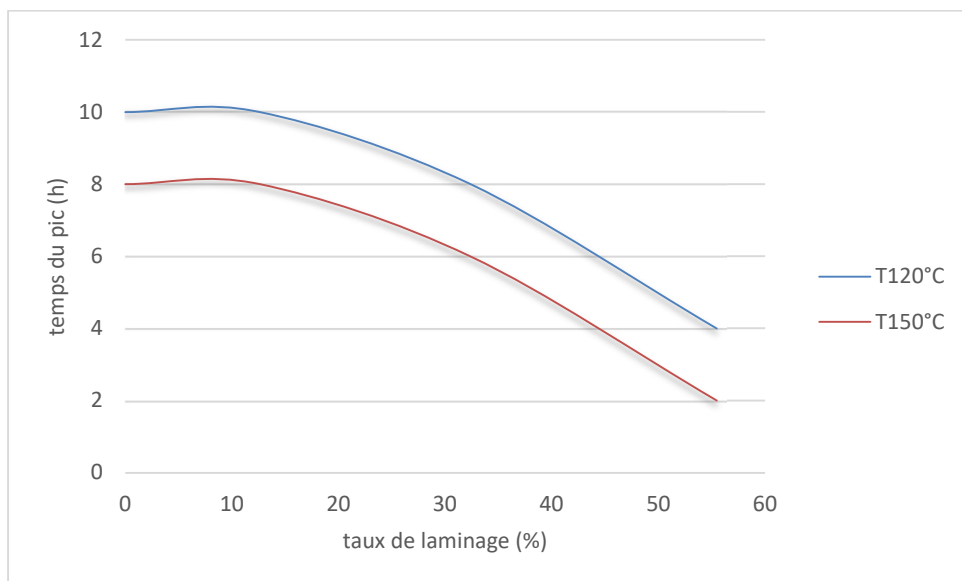


Figure 5.11: Courbes du temps pour atteindre une dureté maximale en fonction du taux de laminage

4. Interprétation des résultats

4.1. Effet du laminage sur la microstructure :

Sur les figures (5.1-5.3), nous observons que plus le taux de réduction est grand plus l'allongement des grains dans la direction du laminage est grand, et plus les particules intermétalliques se brisent et deviennent plus fines, plus dispersés et alignés dans le sens de laminage.

Comme le laminage s'est fait à froid, la déformation plastique est assurée par le glissement des dislocations, l'allongement des grains est dû au glissement des plans cristallins les uns par rapport aux autres. C'est aussi un cisaillement d'un fragment du cristal sur l'autre partie suivant un plan de glissement et parallèlement à une direction de glissement.

À mesure que le taux de laminage augmente, les grains se fragmentent principalement en raison de l'augmentation de la déformation plastique, de l'accumulation de dislocations et de la formation de bandes de cisaillement [61].

4.2. Effet du laminage sur la dureté

La variation de la dureté des alliages laminés à froid est montrée dans la figure (5.4). La dureté augmente rapidement avec l'augmentation du degré de laminage à froid. Une déformation de 21,25% augmente la dureté de l'alliage de 146 à 158 Hv et continue d'augmenter avec un degré de laminage à froid supplémentaire pour atteindre une valeur de 172 Hv pour 55,47 % de déformation. Dans de telles conditions où aucun vieillissement artificiel n'est effectué, la haute résistance est principalement due aux dislocations introduites par la déformation. Ces dislocations sous forme de défauts linéaires et ponctuels augmentent en nombre rendant le métal très dur. Au début de la déformation lorsque la densité de dislocation est faible, le métal se déforme facilement par glissement et mouvement de ces dislocations donc sa dureté est faible. Lorsque la densité de dislocation augmente, ils freinent mutuellement, rendant la déformation difficile et le métal devient plus dur [62,63].

Selon la loi de Hall-Petch, l'affinage des grains, dû à la déformation, augmente également la résistance en diminuant la taille des grains, ce qui contribue davantage à l'augmentation de la dureté observée dans les alliages laminés à froid.

4.3. Effet du laminage sur le vieillissement

La déformation plastique d'une solution solide sursaturée (contenant déjà un excès de défauts de la trempe) augmente davantage la quantité de défauts au sein de celle-ci, nous devrions s'attendre par conséquent à ce que le processus de précipitation soit accéléré : les défauts en excès facilitant la diffusion des atomes de soluté étant en abondance. Cependant le vieillissement de la solution solide sursaturée déformée peut déclencher en plus du processus de la précipitation une réaction de restauration ou de recristallisation. Durant la restauration il y a diminution du taux de lacunes et d'interstitiels issus de la trempe par annihilation mutuelle et par réarrangement des dislocations introduites en forte densité par la déformation en réseaux plus stables si les conditions thermiques sont suffisantes les dislocations peuvent aussi être éliminées par les joints de grains au cours de leur migration dans la matrice ce qui peut retarder la précipitation [19].

Dans notre cas, le temps nécessaire pour atteindre le plateau de dureté correspondant à la formation complète des zones GP est le même pour les échantillons non déformés et les échantillons déformés à 12,65%, cela est justifié par le fait que l'alliage déformé se restaure pendant le traitement de vieillissement. Ainsi, la déformation ne ralentit pas la formation des zones GP, mais la diminution de la dureté causée par la restauration n'a pas permis l'avancement de la formation du plateau de dureté.

Le plateau de dureté apparaît sous forme de pic en raison de l'adoucissement causé par la restauration. Cela signifie que le premier pic dans les courbes de vieillissement des échantillons laminés à 12,65% est une conséquence d'une concurrence entre l'adoucissement par restauration dynamique et le durcissement dû à la formation des zones GP.

Pour les autres échantillons, le durcissement par précipitation ne passe que par une seule étape, ou la dureté augmente jusqu'à son maximum. Pour ces échantillons, le coefficient de diffusion est si élevé que la phase η' responsable de la dureté maximale apparaissent directement sans états intermédiaires.

La dureté du second pic est beaucoup réduite pour ces échantillons fortement déformés car l'adoucissement est plus important lorsque le temps de vieillissement et le degré de laminage à froid augmentent.

La diminution de la dureté après le pic est plus accélérée à chaque fois que le taux de déformation augmente, cette diminution est dû à la fois à la coalescence des précipités et à la restauration qui devient plus importante avec l'augmentation du degré de laminage.

Les résultats du DRX confirment que plus le taux de déformation est élevé, plus la précipitation de $MgZn_2$ est importante et elle est plus dispersée.

Le temps nécessaire pour atteindre la dureté maximale diminue lorsque le taux de laminage dépasse 12,65% et continue de diminuer avec un degré de laminage à froid supplémentaire (Fig 5.11). Cette diminution du temps pour atteindre la dureté maximale avec l'augmentation du

degré de laminage à froid est due au grand nombre de dislocations introduites par la déformation, qui sont des sites de nucléation favorables pour les précipités.

La valeur maximale de la dureté atteinte pendant le vieillissement augmente avec l'augmentation du degré de laminage à froid, jusqu'à atteindre un pic puis elle diminue. Le durcissement causé par la précipitation est plus réduit pour des degrés de déformation élevés car l'adoucissement dû à la restauration est plus important lorsque le degré de laminage à froid augmente.

Cette hypothèse est confirmée par le travail de [64]

CONCLUSION GENERALE

L'étude a mis en évidence l'importance de l'écroissage par laminage à froid sur le processus de vieillissement de l'alliage d'aluminium 7075. Les analyses microstructurales ont montré des changements significatifs dans la répartition des précipités et des inclusions intermétalliques, ce qui a directement impacté les propriétés mécaniques. Par conséquent, plusieurs conclusions essentielles ont été formulées :

- Lors de la déformation à froid, les particules de $MgZn_2$ se cassent et s'alignent dans la direction du laminage. Pendant le traitement en solution solide et le processus de recristallisation, le mouvement des joints de grains est entravé.
- Les grandes particules sont des inclusions intermétalliques qui ne se dissolvent pas à l'état solide en raison de leur stabilité, donc aucune modification de leur forme n'est observée pendant le revenu.
- Les petites taches sont des pores et la diminution de la densité de ces particules pendant le revenu est due à la diffusion des atomes d'aluminium dans les pores.
- Pendant le revenu à 120 et 150°C, les grains recristallisés lors de la mise en solution augmentent en taille avec la durée du traitement.
- L'augmentation de la température accélère fortement la coalescence des grains.
- La température la plus basse permet d'atteindre la densité la plus élevée, la taille la plus petite et la distribution la plus importante des zones GP, ce qui conduit à une dureté maximale
- Le durcissement de cet alliage est principalement dû à la formation des zones GP.
- Le processus de durcissement s'accélère à des températures plus élevées.
- La déformation n'a pas ralenti la formation des zones GP, mais la restauration a diminué la dureté.
- Le durcissement par les zones GP est plus important que celui par les précipités η' .
- La croissance des zones GP est plus rapide à température élevée.
- Lorsque le taux de laminage augmente, les grains se fragmentent en raison de la déformation plastique, de l'accumulation de dislocations et de la formation de bandes de cisaillement.

- La dureté des alliages laminés à froid augmente rapidement avec l'augmentation du degré de laminage.
- L'affinage des grains causé par la déformation augmente également la résistance, rendant le matériau très dur.
- La déformation plastique d'une solution solide sursaturée augmente la quantité de défauts et accélère le processus de précipitation.
- L'effet de durcissement dû à la précipitation diminue davantage pour des niveaux de déformation élevés, car l'effet d'adoucissement causé par la restauration devient plus prépondérant avec une augmentation du degré de laminage à froid.
- Plus le degré de laminage à froid est élevé, plus le temps requis pour atteindre la dureté maximale diminue, car la déformation accélère le processus de déformation.

Les perspectives futures de cette étude sont prometteuses et offrent de nombreuses possibilités de recherche et d'application :

- Amélioration des procédés de traitement thermomécanique : Explorer les paramètres de l'érouissage par laminage à froid pour optimiser la résistance et la dureté tout en réduisant les effets indésirables tels que les contraintes résiduelles.
- Étude approfondie des mécanismes de vieillissement : Comprendre les mécanismes de formation et de croissance des précipités intermétalliques comme Al_2CuMg et $MgZn_2$, et leur impact sur les propriétés mécaniques à différentes étapes du vieillissement.
- Application dans divers secteurs industriels : Appliquer les connaissances acquises dans des domaines tels que l'aérospatiale, l'automobile et la construction, où les alliages d'aluminium 7075 sont essentiels en raison de leur légèreté et de leur résistance élevée.
- Développement de nouveaux matériaux et procédés : Explorer de nouvelles formulations d'alliages et de techniques de traitement thermomécanique pour répondre aux exigences croissantes en termes de performances mécaniques et de durabilité.
- Études de durabilité et de résistance à la corrosion : Évaluer l'impact de l'érouissage sur la résistance à la corrosion et la durabilité de l'alliage dans différents environnements.

On explore différentes approches pour améliorer la modélisation et la simulation des alliages d'aluminium 7075.

- Le développement de modèles multi-échelles afin de mieux comprendre l'interaction entre les structures du matériau à différents niveaux.
- Une suggestion est faite pour intégrer des modèles thermodynamiques avancés afin de prédire la formation et l'évolution des phases précipitées.
- Il est également recommandé d'améliorer les modèles de simulation de la plasticité pour analyser l'impact de l'écrouissage sur la déformation plastique.

En résumé, ces perspectives ouvrent la voie à une recherche continue et à des applications pratiques visant à renforcer la compétitivité industrielle et à répondre aux demandes croissantes des marchés mondiaux.

Bibliographie

[1] I. BOUGUERRA, D. DIABI, " L'amélioration de la tenue mécanique des alliages d'aluminium par modification des états métallurgiques". PFE de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger (2019)

[2] <https://almet-metal.com/informations-techniques/donnees-aluminium>

[3] "MDS des aluminiums", Cours de l'Université de Montpellier

[4] C. VARGEL. "Le Comportement de l'aluminium et ses Alliages". Dunod. Technique, Paris (1979).

[5] C. VARGEL. "Corrosion de l'aluminium». Dunod. Paris(1999).

[6] J. BARRALIS et J. MAEDER, Précis de métallurgie élaboration structures-propriétés, normalisation. Afnor. Edition Nathan (septembre 2004)

[7] B. THOMAS et G. HENRY, "Durcissement des aciers et alliages", techniques de l'ingénieur, précis MI 12.

[8] R. DEVELAY. "Données numériques sur les alliages d'aluminium de transformation", technique de l'ingénieur, fac.M445, (Année 2005).

[9] C. CHAUSSIN, "Manuel pratique des aciers et leurs traitements thermiques", Dunod 1986

[10] M. BOUALAM, A. BELAID et A. BRADAIA. " Le Soudage des alliages d'aluminiums et étude de cordon de soudure", Projet de fin d'étude.

[11] Claude Philip, "soudage des alliages d'aluminium", 2007

[12] <https://www.weerg.com/fr/materiaux-usinage-cnc/aluminium/7075>

[13] G. MATHERS, "welding of Aluminum and its alloys". CRC Press_Woodhead, Pub (2002).

[14] P. YESPICA, W. JOSE" Etude comparative du comportement électrochimique des alliages d'aluminium 2024 T351 et 7075 T7351 en milieu corrosif", Doctorat de l'université de Toulouse (2012).

[15] J. PERRIER. "Fusion des alliages d'aluminium". Technique de l'ingénieur, Réf. M 3635 (2003).

[16] Pechney, Bamand, Pierre, Gadeau, et Ropert. "Aluminium tome I : Production-propriétés-Alliages- Fabrication". Eyrolles, Paris (1964).

- [17] J. PHILIPERT, A. VIGNE, Y. BRECHET, et P. COMBRADE. "Métallurgie du minerais au matériau". MASSON ET Cie. Paris (1971).
- [18] B. DUBOST, et P. SAINFORT." Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium". Technique de l'ingénieur, fac. M240, (Année 2005).
- [19] D. LAADJEL. "Alliage d'aluminium-évolution de la microstructure et propriétés mécaniques". Doctorat de l'université Badji Mokhtar de Annaba (juin 2018).
- [20] B. FAYOLLE, J. VERDU. "Vieillessement et durabilité des polymères organiques". Matériaux Organiques pour la Construction et le Développement Durable, Hermès Science Publications (2010).
- [21] Z. YANG, J. BANHART. "Natural and artificial ageing in aluminum alloys – the role of excess vacancies". Acta Materialia.
- [22] M. BAYARASSOU, "Effet des traitements de vieillissement sur l'évolution de la structure et les propriétés mécaniques des fils en alliages d'aluminium (AGS) tréfilés à l'ENICAB". Doctorat de l'Université Mohamed Khider de Biskra (28 octobre 2018).
- [23] B. ZEMMAL, "Étude du vieillissement thermique dans l'alliage Al-Zn-Mg-Cu de nuance 7022". PFE de l'École Nationale Polytechnique d'Alger (Juin 2010).
- [24] A. ZEMMAL, "Effet de vieillissement thermique sur la résistance mécanique dans l'alliage Al-Zn-Mg de nuance 7020". PFE de l'École Nationale Polytechnique d'Alger (Juin 2013).
- [25] D. DUMONT. "Relations Microstructure / Ténacité dans les alliages aéronautiques de la série 7000 ". Doctorat de l'Institut Nationale Polytechnique de Grenoble (02 Avril 2001)
- [26] T. MARLAUD. "Microstructures de précipitation et mécanismes de corrosion feuilletant dans les alliages d'aluminium de la série 7000 à très hautes caractéristiques mécaniques". Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble (28 avril 2008).
- [27] G. MURRY. " Aide-mémoire métallurgie ". Dunod. Paris (2004).
- [28] A. DUCHAUSSOY. "Déformation intense d'alliages d'aluminium à durcissement structural : mécanismes de précipitation et comportement mécanique". Doctorat de l'université Rouen Normandie de France (2019).
- [29] L.F. MONDOLFO, "Structure of the aluminium: magnesium: zinc alloys", Metall. Rev. 16 (1971) 95–124.
- [30] J.D. EMBURY, R.B. NICHOLSON, "The nucleation of precipitates: The system Al-Zn-Mg", Acta Metall. 13(1965) 403–417.
- [31] C. MONDAL, A.K. MUKHOPADHYAY, "On the nature of T(Al₂Mg₃Zn₃) and S(Al₂CuMg) phases present in as-cast and annealed 7055 aluminum alloy", Mater. Sci. Eng. A. 1–2 (2005) 367–376.

- [32] J.K. PARK, A.J. ARDELL, "Microstructures of the commercial 7075 Al alloy in the T651 and T7 tempers", *Metall. Trans. A.* 14 (1983) 1957–1965.
- [33] A.K. MUKHOPADHYAY, Q.B. YANG, S.R. SINGH, "The influence of zirconium on the early stages of aging of a ternary Al-Zn-Mg alloy", *Acta Metall. Mater.* 42 (1994) 3083–3091.
- [34] G. DLUBEK, "Positron Studies of Decomposition Phenomena in Al Alloys, in: Age-Hardenable Alum.Alloys", *Trans Tech Publications*, 1987: pp. 11–32.
- [35] A. Deschamps, Influence de la prédéformation et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Al-Zn-Mg-Cu, thesis, Grenoble INPG, 1997.
- [36] J.J. Thompson, E.S. Tankins, V.S. Agarwala, "A heat treatment for reducing corrosion and stress corrosion cracking susceptibilities in 7xxx aluminum alloys", *Mater. Perform.* 26 (1987) 45–52.
- [37] C.P. FLYNN, J. BASS, D. LAZARUS, "The vacancy formation and motion energies in gold, Philos". *Mag. J.Theor. Exp. Appl. Phys.* 11 (1965) 521–538.
- [38] J. BASS, "The formation and motion energies of vacancies in aluminium", *Philos. Mag. J. Theor. Exp. Appl.Phys.* 15 (1967) 717–730.
- [39] J. BUHA, R.N. LUMLEY, A.G. CROSKY, "Secondary ageing in an aluminium alloy 7050", *Mater. Sci. Eng. A.*492 (2008) 1–10.
- [40] K. STILLER, P.J. WARREN, V. HANSEN, J. ANGENETE, J. GJONNES, "Investigation of precipitation in an Al–Zn–Mg alloy after two-step ageing treatment at 100° and 150°C", *Mater. Sci. Eng. A.* 270 (1999) 55–63.
- [41] S.K. MALONEY, K. HONO, I.J. POLMEAR, S.P. RINGER, "The chemistry of precipitates in an aged Al-2.1Zn-1.7Mg at.% alloy", *Scr. Mater.* 41 (1999) 1031–1038.
- [42] M.J. STARINK, S.C. WANG, "A model for the yield strength of overaged Al–Zn–Mg–Cu alloys", *Acta.Mater.*51 (2003) 5131–5150.
- [43] M. OUAMRI, S. DJABALI, "Élaboration des composites métal/ céramique: A2024-T3/MoAlB, A2024-T3/Al₂O₃". PFE de l'Université Saad Dahleb de Blida (2018).
- [44] G. WATERLOO, V. HANSEN, J. GJONNES, S.R. SKJERVOLD, Effect of predeformation and preaging at room temperature in Al–Zn–Mg–(Cu,Zr) alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 303 (2001) 226–233.
- [45] C.ZHU, K. LV, B. CHEN, " On the S-phase precipitates in 2024 aluminium alloy: An atomic-scale investigation using high-angle annular dark-field scanning transmission electron microscopy". *Material research* (2019).

- [46] A. CHEMIN, D. MARQUES, L. BISANHA, A. de J. MOTHEO, W.W. Bose FILHO, C.O.F. RUCHERT, "Influence of Al₇Cu₂Fe intermetallic particles on the localized corrosion of high strength aluminum alloys", *Mater. Des.* 53 (2014) 118–123.
- [47] H. Zhao, F. De Geuser, A. Kwiatkowski da Silva, A. Szczepaniak, B. Gault, D. Ponge, D. Raabe, Segregation "assisted grain boundary precipitation in a model Al-Zn-Mg-Cu alloy", *Acta Mater.* 156(2018) 318–329.
- [48] T. TAKEYAMA, S. KODA, "Preferred Precipitation on Dislocation Lines in an Aluminium Alloy", *Nature.* 179 (1957) 777–778.
- [49] C. ZENER, "Imperfections in nearly perfect crystals", N. Y. (1952) 295.
- [50] B. LESAGE, A.M. HUNTZ, "Diffusion en volume et dans les joints de grains dans le molybdène du fer 59Fe et du soufre 35S : Relations avec la structure", *J. Common Met.* 38 (1974) 149–165.
- [51] B. DUBOSTP. SAINFORT, "Durcissent par précipitation des alliages d'aluminium", *Tech. Ing. Méthode caractér. Anal. Métaux Alliages. Base documentaire : TIB532DUO.* (1991).
- [52] J.B. ZELDOVICH, "Acta Physicochim". (1943) 1.
- [53] R.W. CAHN, P. HAASEN, "Physical metallurgy", North-Holland, Amsterdam, 1983.
- [54] J. HINDI, A. HEGDE, G.BM, S. S. SHARMA, "TEM analysis and related mechanical characterization of age hardened aluminium 7075-grey cast iron particle reinforced composites".
- [55] H. NEMMOUR, "Étude des cinétiques de précipitation, de recristallisation et du durcissement structural dans un alliage Al-Mg-Si sévèrement déformé par laminage à froid". Doctorat de l'Université Badji Mokhtar de Annaba (2017)
- [56] M. COLOMBIE, et COLL. "Matériaux Industriels, Matériaux Métalliques". DUNOD, Paris (2000).
- [57] Z. ZHAO. Wu, R. WANG, B. HUANG, M. LEI, G. LUO, F. (2020). "Effects of Aging on the Microstructure and Properties of 7075 Al Sheets". *Materials*, 13(18), 4022.
- [58] S.H. SOUZAA, A.F. PADILHAB, A.M. KLIAUGAC, "Softening Behavior During Annealing of Overaged and Cold-rolled Aluminum Alloy 7075 ", *Materials Research*, 2019.
- [59] S. K. PANIGRAHI, R. JAYAGANTHAN. "Effect of ageing on microstructure and mechanical properties of bulk, cryorolled, and room temperature rolled Al 7075 alloy". *Journal of Alloys and Compounds*, (2011).
- [60] Y. ZHANG, H. YANG, P.SUN, R. HUANG, S. ZHENG, Y. DUAN, and L. MENGENIE, " Effect of Aging Time on Precipitation of MgZn₂ and Microstructure and Properties of 7075 Aluminum Alloy", *JMEPEG* , 30 December 2022

- [61] N. KAZEMI, A. JAMATI, R. AVAL, H. J. "Asymmetric cold rolling of AA7075 alloy: The evolution of microstructure, crystallographic texture, and mechanical properties". *Materials Science and Engineering: A*, 824, 141801, (2021).
- [62] D. Y. CHENG, B.M. SHEN, "Effect of Rolling Deformation on the Microstructure and Mechanical Properties of an Extruded Mg-Zn-Ca Alloy". *Journal of Materials Engineering and Performance*, (2019).
- [63] A.C. UMAMAHESHWER RAO, V. VASU, M. GOVINDARAJU, K. V, SAI SRINADH, "Influence of cold rolling and annealing on the tensile properties of Aluminium 7075 Alloy", *Procedia Materials Science* 5 (2014) 86 – 95.
- [64] A. NAIMI, H. YOUSFI, H.M. TRARI, "Influence of cold rolling degree and ageing treatments on the precipitation hardening of 2024 and 7075 alloys". *Mechanics of Time-Dependent Materials*, (2012).